

# KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 29 (I)

IZDAN 1 DECEMBRA 1940

## PATENTNI SPIS BR. 16374

E. I. Du Pont de Nemours and Company, Wilmington, U. S. A.

Naprava i postupak za izradu vlakana.

Prijava od 26 aprila 1939.

Važi od 1 aprila 1940.

Naznačeno pravo prvenstva od 27 aprila 1938 (U. S. A.)

Ovaj se pronalazak odnosi na poboljšanja kod postupka i naprave za izradu vlakana. Pronalazak se naročito odnosi na poboljšani postupak i napravu za izradu vlakana od rastopljenog sastava, koji se sastoji većinom iz organskih sastojaka i jedinjenja.

Ovakva vlakna i sastavi za pravljenje vlakana od kojih se vlakna prave nazivaće se u daljem opisu „organskim vlaknima“ i „organskim sastavima za pravljenje vlakana“.

Do sada se prilikom izrade vlakana iz rastopljenih organskih sastava smatralo kao potrebno da se sastav za pravljenje vlakana prvo rastopi u podesnoj komori i da se zatim rastopljena masa proteruje pritiskom gasa ili pomoću kakvog šmrka kroz podesan predionik ili t. sl. Ovakvi raniji postupci bili su podesni u primeni pri izradi vlakana iz rastopljenih organskih sastava koji se izlaganjem dejstvu temperature topljenja za jedno duže vreme ne mogu da oštete ili razlože.

Pri izradi vlakana od čvrstih materijala u rastopljenom stanju, kod materijala koji se pri višim temperaturama izlažu razlaganju dosada poznati postupci koji zahtevaju da se rastopljeni materijali duže vreme održavaju na višim temperaturama nailaze na opravdane zamerke.

Jedan od predmeta ovog pronalaska sastoji se u iznalaženju poboljšanog postupka i naprave za izradu vlakana od rastopljenih organskih sastava za pravljenje vlakana putem istiskivanja.

Sljedeći predmet ovog pronalaska sastoji se u iznalaženju poboljšanog postupka i naprave za izradu organskih vlakana od rastopina uz najmanje moguće izlaganje ovih rastopina delovanju visokih temperatura.

Drugi predmet ovog pronalaska sastoji se u tome da se dode do takvog postupka i naprave za izradu vlakana iz rastopljenih organskih sastava putem istiskivanja kod kojih se rad na ispredanju može lako izvoditi neprekidno.

Sljedeći predmet ovog pronalaska sastoji se u tome da se dode do takvog postupka i naprave za izradu vlakana putem istiskivanja iz rastopljenih organskih sastava pomoću kojih se neprekidno dobijanje proizvoda može izvoditi jednoličnije u toku dužeg vremena.

Ciljevi ovog pronalaska mogu da se postignu, uopšte, na taj način što će se čvrsto telo sastavljeno iz kakvog organskog sastava terati prema površini zagrejanom do tolike temperature da bi se čvrsto telo rastopilo, pri čemu bi se rastopljeni sastav proterivao kroz otvor potrebnog oblika i veličine pritiskom pridolazećeg čvrstog tela, posle čega bi se vlakna dobivena na ovaj način prikupila na bilo koji podesan način. Najbolje je da se čvrsto telo u obliku zbijene mase jednolikog oblika uteruje kroz jedan otvor u komoru rastapanja snabdevenu površinom koja vrši rastapanje.

Da bi se pronalazak što jasnije odredio u daljem izlaganju dat je detaljni opis sa priloženim ilustracijama jednog oblika

naprave podesne za upotrebu prema ovom pronalasku. U ovim crtežima sl. 1 pretstavlja vertikalnu projekciju naprave za rastapanje, čvrstog materijala a za izradu vlakana, zaptivajućeg prstena i predionika, sa delovima pretstavljenim u preseku.

Sl. 2 pretstavlja vertikalnu projekciju naprave podesne za upotrebu u svrhu neprestanog dovodenja šipki materijala u pravu za rastapanje.

Sl. 3 pretstavlja presek jedne stezaljke za dovodenje šipki.

Sl. 4 je presek sl. 2 po liniji 4—4.

Sl. 5 je presek sl. 2 po liniji 5—5.

Sl. 6 je vertikalna projekcija sl. 5 posmatrane u pravcu strelica 6—6 i pretstavlja deo stezaljke za dovodenje šipki.

U crtežima je brojem 1 obeležena jednolika i zbijena šipka čvrstog materijala, koja se stalnom brzinom proteruje kroz zaptivajući prsten 3 u komoru rastapanja 2 pomoću potiskujućeg dela 4 koji se kreće nepromenljivom brzinom. Ovaj deo 4 može da dobija pogon na bilo koji podesan način. Pri ulasku u komoru rastapanja šipka 1 dolazi u dodir sa zagrejanim unutrašnjim zidom 5 te komore. Temperatura zida 5 održava se nešto iznad tačke topljenja šipke pomoću zagrevnih jedinica 6. Kao zagrevne jedinice mogu da posluže zmijske cevi sa zagrejanim fluidom, električni zagrevni elementi ili kakva druga potrebna sredstva za zagrevanje. Zagrevne jedinice 6 zatvorene su u izolaciju 7. Čvrsta šipka materijala za pravljenje vlakana rastapa se stalnom brzinom ukoliko se uteruje uz zagrejanu površinu zida 5 a rastopljeni materijal isteruje se svojim redom kroz kanal 8 u predionik 9 iz kojeg izlazi u obliku vlakana 10, koji se odvlače stalnom brzinom i namotavaju na kakav kalem ili t. sl. (na crtežu nema). Pokazalo se kao korisno da se rastopljeni materijal, pre no što će biti istisnut kroz predionik, propusti kroz procedujući naboj ili cedila 11. Sem toga pokazalo se kao veoma poželjno da se zaptivajući prsten 3 izoluje od zagrejane komore 2 pomoću izolacije 12 i još, ako treba, posredstvom naknadnih sredstava u obliku zmijske cevi za hlađenje 13 ili t. sl., da bi se na taj način zaptivajući prsten 3 održavao na temperaturi nižoj od tačke topljenja šipke materijala za izradu vlakana. Ako bi se želelo, kvarenje donje ploče izolacije može se skoro potpuno izbeći pomoću metalne obloge 14.

Ma bi postupak tekao bez poremećaja i da bi se proizvodila vlakna i predivo jednakog oblika i dimenzija potrebno je da šipka koja se dovodi sklopu za ispredanje istiskivanjem bude podjednakog prečnika i gustine. Ovo je neophodno potrebno

da bi se moglo obezbediti dobro zaptivanje kod zaptivajućeg prstena i jednoliko priticanje rastopljenog materijala ka predioniku. Poneki materijali za izradu vlakana koji se mogu ispredati iz rastopine, donekle su elastični tako da prečnik šipke ovakvog materijala treba da bude nešto veći od prečnika zaptivajućeg prstena da bi se dobro zaptivanje moglo postići. Međutim u mnogim slučajevima šipka se dovoljno širi usled toplote koja se prenosi na nju iz komore rastapanja tako da se prvobitna šipka može napraviti istog ili čak i nešto manjeg prečnika nego što je zaptivajući prsten. Korisno je da zaptivajući prsten bude nešto koničan kao što je to predstavljeno na crtežu, sa širim krajem spolja. Ako treba kraj šipke koji treba da se uvuče u prsten može takode da bude konusan.

Šipke koje treba da se dovode predioničkom sklopu mogu da se naprave na bilo koji podesan način; naprimer livenjem, istiskivanjem ili mašinskom obradom. Šipka nesme da sadrži šupljine, treba da ima jednoliku gustinu, veličinu i oblik i treba da je što je moguće glada. Ako se želi može da bude pokrivena kakvim mazivom, naprimer ugljevodnikom sa visokom tačkom ključanja ili kakvim polimernim vodonikom.

Prelazeći na mehanizam za neprekidno dovodenje pokazan na sl. 2—6 vidimo da broj 20 označava noseći okvir, koji će biti čvrsto spojen sa komorom rastapanja, kakva je opisana u vezi sa sl. 1 ovih crteža. Dve ogrlice 22 nameštene su u nosećem okviru tako da se u njemu mogu obrtati. Na svakoj ogrlici uklinjen je zupčanik 24 koji dobija kretanje od jednog beskrajnog zavrtnja ili puža. Zupčanici su tako poravnani jedan prema drugome da se istovremeno i sinhrono mogu pokretati jednim te istim beskrajnim zavrtnjem ili dvoma beskrajnim zavrtnjima, nameštenim na dobro poznati način na jednom istom pogonskom vratilu. Ogrlice 22 uklinjene su sem toga na odgovarajućim zavojnim vretenima 26 da bi se ova vretena obrtala prema obrtnju pužastih zupčanika 24. Zvojna vretena 26 mogu, ako treba, da budu obrtno spojena sa gornjim delom komore rastapanja 2 na sl. 1.

Jedna ili više stezaljki 28 za dovodenje šipki materijala nameštena je na zavojnim vretenima 26, tako da pri obrtanju vretena 26 nasuprot satnoj skazaljci, može da se kreće dole prema komori rastapanja 2. Stezaljke za dovodenje šipki sastoje se iz okvira za stezanje 30 i 32, koji se pomoću zavrtnja 34 mogu stegnuti tako da čvrsto drže između njih šipku materijala za izradu vlakana. U okvirima za stezanje 30 mo-

gu da se obrću rukavi 36 sa unutrašnjom zavojnicom koja odgovara zavojnicama na vretenima 26. Za gornji deo svakog rukava 36 učvršćen je pužasti zupčanik 38; ovi zupčanici 38 nemaju, međutim, unutrašnji narez i ne dodiruju zavojnicu na vretenima 26. Oklop vretena 40 učvršćen je za okvir 30 pomoću zavrtnja 42. U oklopu 40 nalazi se vreteno 40 sa dva beskrajna zavrtnja 46. Ovi se beskrajni zavrtnji 46 mogu spregnuti sa pužastim zupčanicima 38 tako da će se pri obrtanju vretena 44 oba pužasta zupčanika istovremeno i sinhrono obrtati. Vreteno 44 snabdeveno je kvadratnim krajem 48 na koji se može navući ručna krivaja ili ručica sa odgovarajućim kvadratnim udubljenjem.

Rad mehanizma za neprekidno dovodenje teče ovako: u stezaljku 28 za dovodenje šipki namesti se šipka 1 od materijala za pravljenje vlakana i delovi za stezanje 30 i 32 stegnu se posredstvom zavrtnja 34. Donji kraj šipke stavi se u zaptivajući prsten 3. Pužasti zupčanici 24 obrću se sinhrono obrćući na taj način vretena 26. Obrtanje vretena 26 nasuprot satnoj skazaljci izazvaće spuštanje šipke 1 i stezaljke za dovodenje šipke 28. Pošto šipka 1 bude uterana u komoru rastapanja 2 za znatnu dužinu i pošto se najniža stezaljka 28 za dovodenje šipke približi gornjoj površini komore rastapanja na vrh šipke 1 stavi se pažljivo, bez ikakvog preklopa druga šipka 1a. Za vrh druge šipke 1a učvrsti se druga stezaljka za dovodenje šipki. Zatim se na kraj 48 vretena 44 namesti ručica (koja na crtežu nije pokazana). Ova se ručica obrće u pravcu satne skazaljke da bi se gornja stezaljka 28 spustila dotle dok se gornja šipka 1a ne pritisne čvrsto uz šipku 1. Od tog trenutka vretena 26 pokretaće istovremeno i istom brzinom obe stezaljke za dovodenje šipki, vukući ih dole. Sada se donja stezaljka 28 za dovodenje šipki može otpustiti odvrtnjem zavrtnja 34 i ako se na nju stavi ručna krivaja i počne da se obrće nasuprot skazaljci na satu, donja se stezaljka 28 može podići duž vretena 26 dotle dok ne dodirne gornju stezaljku 28. Ovaj se ciklus može ponoviti nebrojeno puta.

Ovaj postupak i naprava imaju naročitu korist i prednosti za ispredanje iz rastopine materijala poznatih pod imenom „sintetičnih superpoliamida linearne kondenzacije“ i opisanih u američkom patentu br. 2,071,250 izdanom Carothers-u. Ovi superpoliamidi linearne kondenzacije imaju kristalnu prirodu i činjenica da se oni mogu protiskivati tako da dobiju oblik tankih slojeva i vlakana prema ovom pronalasku pretstavlja pravo iznenađenje. Tak-

vih poliamida ima dve vrste, jedni se dobijaju iz monoaminomono-karboksilnih kiselina ili njihovih derivata koji daju amide a drugi se dobijaju reakcijom podesnih diamina sa podesnim dvobaznim karboksilnim kiselinama ili njihovim ekvivalentima. Kao primeri ovakvih poliamida mogu da budu navedeni politetrametilen sebacamid, poliheksametilen seberamid, poliheksametilen sebacamid, polidekametilen adipamid i poliamid dobiven iz 6-amino-kapronske kiseline. U ovom se pronalasku mogu upotrebljavati i prelazni poliamidi i smeše poliamida.

Ovi polimeri, za razliku od većine ranije opisanih materijala za izradu vlakana, dovoljno su postojani da bi dozvolili njihovo upredanje u vlakna i t. sl. neposredno iz rastopine, t. j. bez upotrebe kakvih sredstava za rastvaranje ili postizanje plastičnosti. Ranije opisani postupci za izradu vlakana iz rastopine ovakvih materijala sastoje se u rastapanju polimera u podesnoj komori i istiskivanju iz te komore kroz podesan otvor ili predionik pomoću pritiska gasa ili pomoću šmrka, naprimer zupčanog šmrka ili crpke sa jednolikim radom. Ovi postupci imaju izvesne nezgodne strane. Ako se upotrebljava pritisak gasa jednoliko protiskivanje teško se može postići čak i ako se pritisak gasa održava stalno na istoj visini jer postepeno i sporo nagomilavanje nečistoća u nabojima predionika povećava pritisak otpora usled čega se smanjuje radna sposobnost predionika i prečnik ispredenog materijala. Teškoća upotrebe crpke ili šmrka za pređenje sastoji se u tome što izlaganje pokretnih delova crpke visokoj temperaturi rastopljenog materijala za izradu vlakana ima za posledicu kratkotrajnost crpke. Mnogo je, međutim, važnije to da širenje delova crpke na visokoj temperaturi kvari nepropustljivost crpke i povlači za sobom ozbiljne promene u debljini prediva. Nezgode oba načina sastoje se u tome što se materijal za izradu vlakana mora zagrejati znatno iznad tačke topljenja da bi se obezbedila laka izrada vlakana. Ovo, međutim, često ima za posledicu razlaganje materijala za izradu vlakana usled toplote uz stvaranje gasovitih ili drugih neželjenih sporednih produkata. Sem toga, da bi se održavalo ravnomerno ispredanje treba održavati u rastopljenom stanju znatnu rezervu materijala za izradu vlakana a ovo još više potpomaže toplotno razlaganje. Postupak i naprava prema ovom pronalasku savladuju sve ove nedostatke.

Sada će postupak biti opisan u naročitoj primeni na poliheksametilen adipamid, poliamid linearne kondenzacije koji daje

vlakna, dobiven kondenzacionim polimerizovanjem heksametilen diamina i adipinske kiseline.

**Primer I.** Jednolika cilindrična šipka poliheksametilen adipamida, prečnika 50,8 mm. i visine 305 mm. spravljena je istiskivanjem rastopljenog polimera sa unutrašnjim viskozitetom 0,9 i tačkom topljenja oko 263° C. iz autoklava pod pritiskom 7,03 kg/kv. cm. azota bez prisustva kiseonika u cev za livenje, zagrevanu električnim putem, nasuprot klipu koji se spušta i hladenjem cevi uz održavanje pritiska. Ovakvo dobivena glatka šipka lako se izvadi iz cevi pomoću klipa. Šipka se zatim obrađi tako da bude savršeno cilindrična i uvođi se u napravu za izradu vlakana (ispredanje) istiskivanjem, one vrste, koja je pokazana na crtežu, nameštenu u Olsenovu mašinu za ispitivanje tako da se jednoliko dovođenje i ravnoteža mogu iskoristiti za merenje pritiska kojima se mehanizam podvrgava. Šipka se proteruje kroz zaptivajući prsten prema površini topljenja u komori topljenja pod celokupnim pritiskom 1134 kg. od kojih približno 181,44 kg. predstavljaju otpor zaptivajućeg prstena. Površine rastapanja održavaju se na temperaturi 275° C. Predionik ima 30 otvora po 0,224 mm. u prečniku. Pod ovakvim okolnostima predivo od 30 vlakana skoro podjednake debljine (ne računajući ono koje se isprede za prvih nekoliko minuta) ispređa se brzinom 13,5 gr. na minut. Predivo se namotava na kalem brzinom 2000 stopa (610 m.) na minut.

Iako prethodni primer prikazuje pronalazak u naročitoj primeni na sintetičan poliamid, lako je uvideti da se postupak može primeniti i na druge materijale. Pronalazak se može primeniti na za izradu vlakana (predenje) svakog organskog materijala za izradu vlakana, koji se može ispredati iz rastopine. Kao primeri ovakvih materijala za izradu vlakana mogu da budu navedeni čvrsti polimeri etilena, polistiren i derivati poliakrilne kiseline. Mogu se upotrebiti i druge vrste sintetičnih polimera linearne kondenzacije; naprimer poliesteri, polieteri, poliacetali i mešani poliester-poliamidi. Ovim se postupkom mogu izrađivati vlakna (presti) i iz derivata celuloze, naprimer acetat celuloze, ako je na podesan način učinjen plastičnim. Ako su mehaničke osobine šipke takve da to zahtevaju šipka može da se podržava kakvim cilindrom za pojačavanje i u tom slučaju deo koji potiskuje kretaće se u cilindru a ovaj cilindar u tom slučaju može da vrši ulogu zaptivajućeg prstena.

Materijal za izradu vlakana koji se upotrebljava prema ovom pronalasku može

da sadrži sredstva koja će promeniti njegove osobine, naprimer sredstva za promenu sjaja, sredstva za postizavanje plastičnosti, pigmente, bojila, sredstva protiv oksidisanja, smole i t. sl.

Primer I prikazuje primenu ovog pronalaska na izradu vlakana. Ako se ova vlakna podvrgnu izvlačenju u hladnom stanju pretvara se u predivo manjeg prečnika i poboljšanih osobina, koje su veoma korisne pri izradi platna. U obim ovog pronalaska spada izrada vlakana većeg prečnika, naprimer one veličine koju imaju čekinje, dlaka angorskih koza ili konjska dlaka. Ova deblja vlakna mogu da se ispredaju iz predionika sa više ili sa jednim otvorom. Predenjem pomoću istiskivanja mogu da se izrađuju i pantljičke, listići i listovi i t. d. Za ovu svrhu obično je poželjno da se materijal za izradu vlakana istiskuje kroz prorez u obliku procepa ili da se proizvod prikuplja na podesnom valjku za davanje potrebnog oblika koji će obezbediti potrebnu jednolikost. Ovakvih valjaka može da bude i više, i valjci mogu da se upotrebljavaju istovremeno sa prorezima.

U praktičnom radu prema ovom pronalasku materijal za izradu vlakana može da se istiskuje izvanredno stalnom i jednolikom brzinom. Stoga izvlačenjem istisnutih vlakana jednolikom brzinom mogu da se dobiju vlakna (pređa) veoma jednoličnog spoljnog izgleda. Postupak ima sledeće prednosti pred ranije opisanim postupcima ispredanja iz rastopine:

1. Minimalno izlaganje materijala za izradu vlakana delovanju visoke temperature.

2. Potpuno odsustvo svakog agensa u komori rastapanja, koji bi mogao da zadrži gas.

3. Komora rastapanja sama se čisti.

4. Potrebno je manje procedujućeg naboja, pošto je opasnost od malih delova nerastopljenog materijala u rastopljenoj masi svedena na najmanju meru.

5. Usled toga što se kroz otvor proteruje šipka materijala za izradu vlakana, koja je zbijena i jednolikog oblika, i ova šipka prolazi kroz takav otvor, naprimer kroz zaptivajući prsten i ulazi u komoru rastapanja, postupak predenja može da se sprovodi neprekidno ako jedna šipka bude išla za drugom bez prekida u postupku predenja.

6. Ako se procedujući naboj ili cedilo kombinuje sa gore pomenutim postupkom proterivanja čvrste šipke materijala za izradu vlakana kroz komoru rastapanja istiskivanje se može vršiti neprekidno veoma dugo uz izvanredno jednolike rezultate.

Veća jednakost prečnika vlakna dobija se zbog toga što se potrebna količina materijala za izradu vlakana istiskuje bez obzira na povećanje otpora, koje bi usledilo usled nakupljanja nečistoća u procedujućem naboju.

7. Površina materijala za izradu vlakana biće manje prljava usled toga što se kod sirovine može postići najpovoljniji odnos površine prema zapremini. Kod drugih postupaka materijala za izradu vlakana obično se dodaje u komoru rastapanja u sitno razdrobljenom obliku.

8. Ovim se postupkom otklanjaju crpke i drugi pokretni delovi koji bi inače trebalo da budu u neprekidnom dodiru sa rastopljenim materijalom.

Pošto je potpuno očigledno da se mnoge promene i izmene gornjeg postupka i naprave mogu učiniti bez odstupanja od prirode i duha pronalaska ovaj se opis ima smatrati neograničenim ničim sem priloženih zahteva.

#### Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu vlakana iz rastopina sintetičnih polimera linearne kondenzacije, naznačen time, što se čvrsto telo pomenutog sastava, tera prema površini jednog dela sa povišenom temperaturom, da bi se čvrsto telo rastopilo u blizini te površine, posle čega se ovako rastopljeni materijal propušta kroz otvor željenog oblika.

2. Postupak za izradu vlakana iz rastopina organskih sastava, prema zahtevu 1, naznačen time, što se rastopljeni materijal proteruje kroz jedan otvor potrebnog oblika pritiskom samog pridolazećeg materijala u čvrstom stanju.

3. Postupak za izradu vlakana iz rastopina organskih sastava, prema zahtevima

1—2, naznačen time, što je čvrsto telo sastava za izradu vlakana podjednakog prečnika i gustine i što se ono tera stalno istom brzinom prema površini sa povišenom temperaturom.

4. Postupak za izradu vlakana iz rastopina organskih sastava prema zahtevima 1—3, naznačen time, što se čvrsto telo sastava za izradu vlakana proteruje kroz zaptivajući prsten u zonu povišene temperature, a posle topljenja propušta kroz jedan ili više otvora.

5. Naprava za izradu vlakana iz rastopina organskih sastava prema zahtevima 1—4, naznačena time, što ima komoru 2 za rastapanje sa površinom 5, koja vrši rastapanje i koja se nalazi u toj komori, što ima otvor sa zaptivajućim prstenom 3 i poznata sredstva, pomoću kojih se sastav za izradu vlakana u obliku čvrste šipke 1 proteruje kroz taj otvor prema površini 5 za rastapanje, da bi se na taj način sastav rastopio.

6. Naprava prema zahtevu 5, naznačena time, što je komora 2 za rastapanje snabdevena predionikom 9 i što je za nju pričvršćen zaptivajući prsten 3, čiji se zidovi sustiču u unutrašnjem pravcu prema unutrašnjosti komore.

7. Naprava prema zahtevima 5—6, naznačena time, što je zaptivajući prsten 3 izolovan od zagrevne komore 2 pomoću izolacije 12 i što su predviđena sredstva za hlađenje zaptivnog prstena, na pr. u vidu zmijaste cevi za hlađenje 13 i t. sl.

8. Naprava prema zahtevima 5—7, naznačena time, što šipka 1 ima potiskujući deo 4, koji može dobiti pogon na koji bilo podesan način i što ima sredstva za neprekidno proterivanje niza čvrstih tela sastavljenih od materijala za obradu.



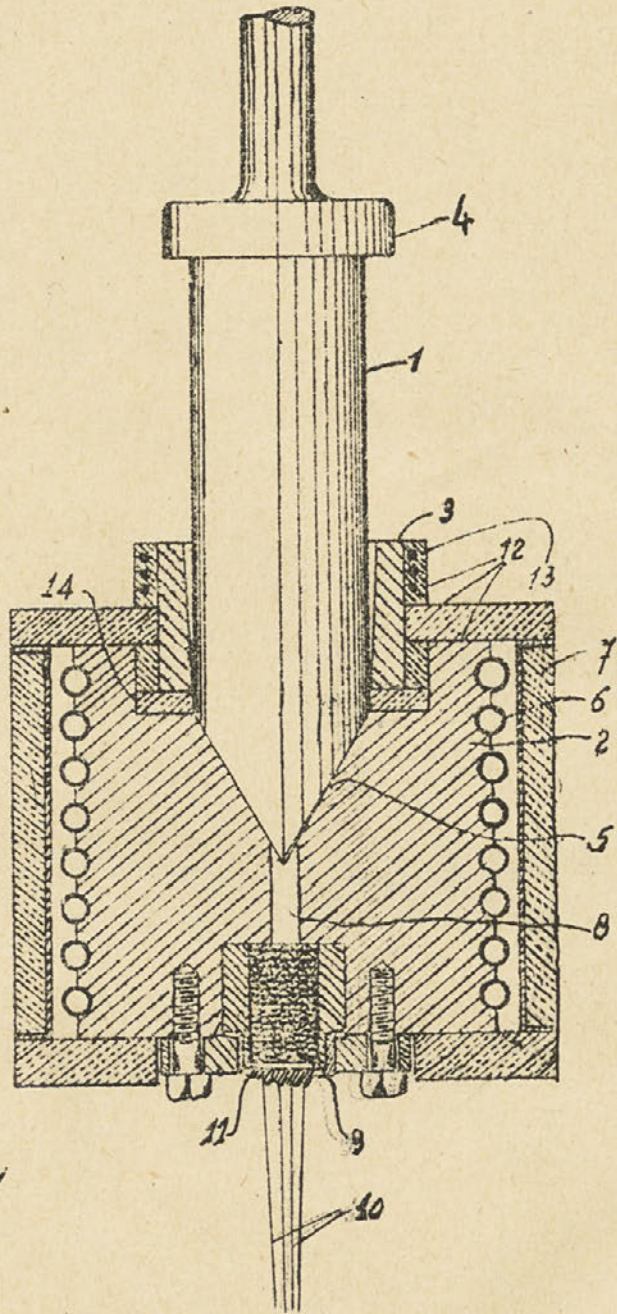


Fig. 1





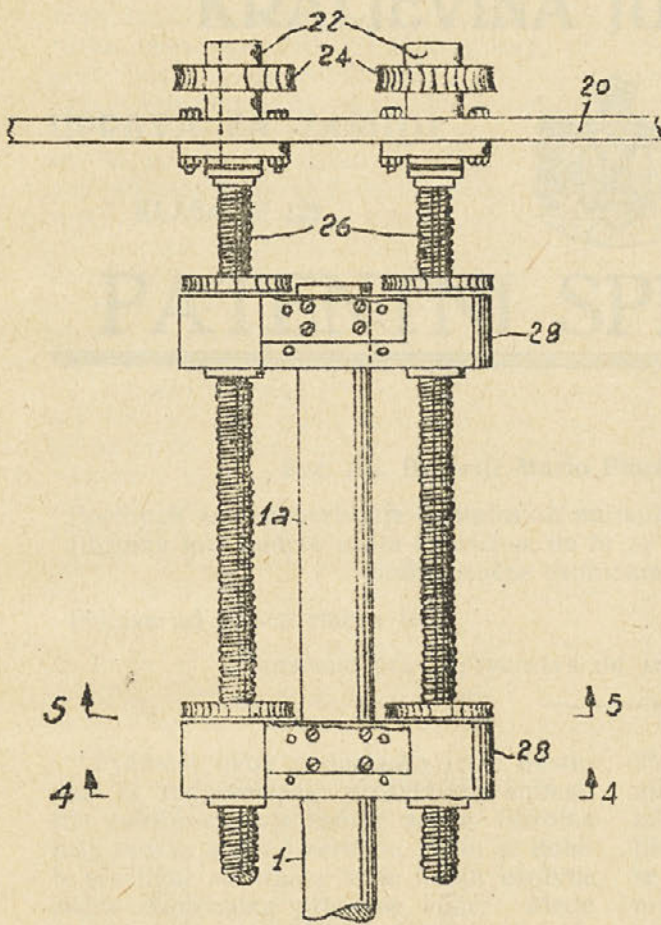


Fig 2

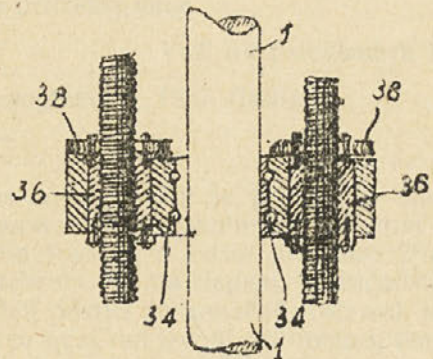


Fig 3

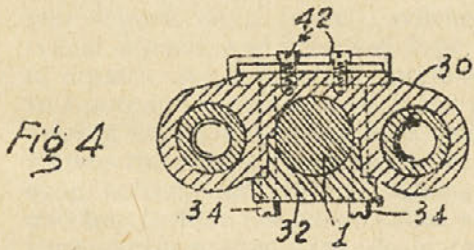


Fig 4

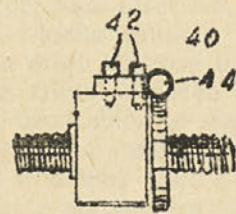


Fig 6

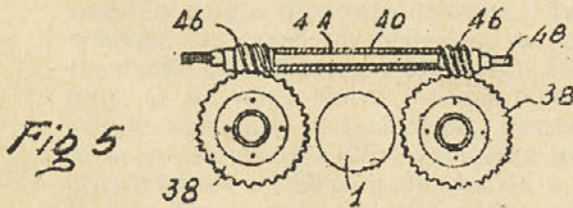


Fig 5

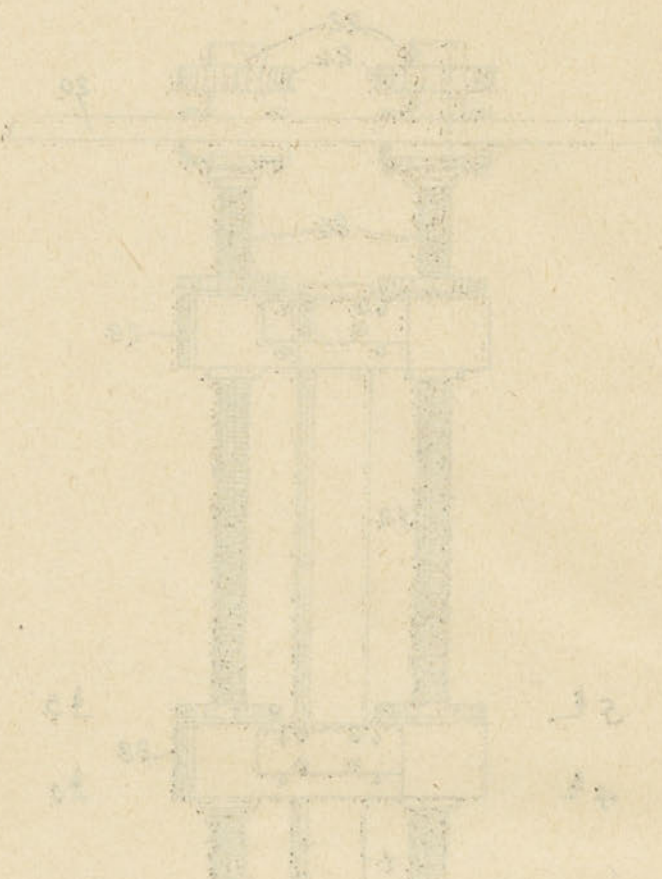


Fig. 1



Fig. 2



Fig. 3

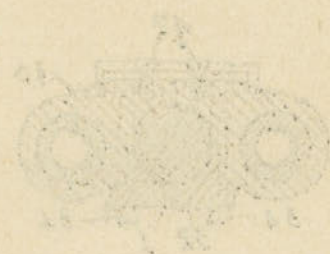


Fig. 4



Fig. 5