



C08b 3/06

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 11061.

Kl. 12 o 6.

Heberlein & Co. A.-G.
(Wattwil, Szwajcaria).

Sposób wytwarzania celuloz acydylowanych.

Zgłoszono 25 września 1928 r.

Udzielono 26 września 1929 r.

Pierwszeństwo: 30 września 1927 r. (Niemcy).

W celu przyspieszenia leniwie odbywającego się acydylowania celulozy proponowano traktowanie przedwstępne włókna rozcieńczonym kwasem siarkowym. Powyższy sposób rozpuszczania jednakowoż prowadził do rozszczepienia celulozy, co było niepożądane, ponieważ drogą tą oddziaływało się niekorzystnie na wartościowe własności celuloz acydylowych; zaniechano więc tego sposobu pracy.

Wykryto, że acydylowanie celulozy odbywa się szybko i jednostajnie, jeżeli, zamiast uwadniania, poddane procesowi włókniwo przedwstępnie się napęcznieją, przyczem należy starać się o to, aby stan napęczenia zachowany był aż bezpośrednio przed oddziaływaniem mieszaniny acydylującej tak, że mieszanina ta działa na

materiał napęczniejący nieskoagulowany. W tym celu po dokonaniem napęczenia nadwyżkę środka napęczniejącego usuwa się zapomocą wyciskania, wirowania lub w podobny sposób. W przypadkach, gdzie obecność środka napęczniejącego oddziaływałaby niekorzystnie na mieszaninę acydylującą, można po dokonaniem napęczenia włókniwo wypłókać, aby w ten sposób usunąć zupełnie środek napęczniejący. Wypłókiwania środka napęczniejącego można dokonać wodą albo rozpuszczalnikami organicznymi, np. alkoholem, kwasem octowym krystalicznym, acetonem. Środek do płókania w znany sposób usuwa się zapomocą wyciskania, wirowania i podobnych zabiegów, za wyłączeniem wysuszania.

Jako środek napęczniejący mogą być

użyte stosowane zwykle dla celulozy środki kwaśne lub obojętne, np. stężony kwas nieorganiczny, jak kwas siarkowy, kwas fosforowy, kwas azotowy, kwas solny i podobne kwasy, pojedynczo lub jako mieszaniny, oprócz tego też sole działające napęczniająco, jak chlorek cynkowy, rodanek wapnia i t. d.

Acydylowanie uskutecznia się w znany sposób stężonym kwasem organicznym, bezwodnikami kwasów, chlorkami kwasów i środkami w podobny sposób działającymi, ewentualnie zastosowując jednocześnie katalizatory. Po dokonanej reakcji masę reakcyjną wlewa się do wody albo do kąpieli strącającej i wydziela celulozę acydylową. Można też utworzony ester pierwotny w znany sposób zapomocą zmydlenia albo przestawienia przeprowadzić w łatwiej rozpuszczalne produkty wtórne. Otrzymane produkty można rozpuścić w stosowanych rozpuszczalnikach, np. acetonie, chloroformie, pirydynie i t. d. i wyrabiać z nich jedwab sztuczny, filmy lub laki. Wyrób utworów ukształtowanych można też uskutecznić przez bezpośrednie koagulowanie masy reakcyjnej.

Jako materiał wyjściowy mogą być stosowane dowolne materiały zawierające celulozę, jak włókna roślinne i wytworzone z nich włókniaki.

Przykład I. Przedwstępnie bieloną bawełnę odpadkową wprowadza się na zimno do 62%-owego kwasu siarkowego i pozostawia w nim przez kilka minut. Następnie po ściśnięciu kwasu siarkowego, wyciska się nadwyżkę kwasu i dołącza masę do mieszaniny acetylującej, składającej się z 6 części bezwodnika kwasu octowego i 6 części kwasu octowego krystalicznego, w stosunku do wagi suchego włókniwa. Dzięki chłodzeniu temperaturę utrzy-

muje się poniżej 40°C. Reakcja odbywa się bardzo szybko i jest po upływie 15 minut skończona, poczem produkt można wydzielić zapomocą strącenia w wodzie.

Przykład II. Oczyszczoną bawełnę luźną napęcznia się w 70%-owym kwasie azotowym przez 15 minut, poczem przez wyciskanie usuwa się przeważną ilość kwasu. Pozostałość kwasu azotowego wypłókuje się kwasem octowym krystalicznym i wyciska masę ponownie. Następnie powoduje się oddziaływanie mieszaniny acetylującej, składającej się z 4 części bezwodnika kwasu octowego, 4 części kwasu octowego krystalicznego i 0,15 części stężonego kwasu siarkowego, w stosunku do wagi suchej bawełny. Temperaturę utrzymuje się poniżej 30°C i reakcja jest skończona po upływie dwu godzin. W zwykły sposób strąca się teraz celulozę acetylowaną.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania celuloz acydylowych, znamienny tem, że zawierające włókniki materiały traktuje się stosowanymi dla celulozy kwaśnymi lub obojętnymi środkami napęczniającymi aż do napęcznienia, usuwa nadwyżkę środka napęczniającego i następnie oddziaływa się środkiem acydylującym, ewentualnie w obecności katalizatorów.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że po dokonaniem napęcznienia wypłókuje się środek napęczniający i bezpośrednio potem oddziaływa środkiem acydylującym.

Heberlein & Co. A. - G.

Zastępca: Inż. M. Zoch,
rzecznik patentowy