

9014, 3/12

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 32524

Kl. 29 b, 3/01

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a/M.

Sposób wytwarzania nitek sztucznych

Zgłoszono 27 stycznia 1942

Udzielono 12 stycznia 1944

Pierwszeństwo: 1 lutego 1941 (Niemcy)

Z wiskozy można prząść nitki o dużej wytrzymałości sposobem ciągłym lub przerywanym, przy czym strumień wiskozy wychodzący z dyszy zostaje skoagulowany w rozcieńczonym kwasie siarkowym, zawierającym sole metalowe rozpuszczone w dostatecznej ilości w celu opóźnienia rozkładu wiskozy, a skoagulowaną nitkę rozciąga się w ciepłych rozcieńczonych roztworach kwasów o temperaturze co najmniej 60°C, przeprowadzając nitkę po kilku wałkach napędzanych z różną szybkością.

Stosuje się najkorzystniej kąpiel przędzalniczą, zawierającą 2,5—10% siarczanu cynku obok 18—32% siarczanu sodu i 8—13% kwasu siarkowego. Zawartość kwasu w kąpeli rozciągającej jest znacz-

nie mniejsza aniżeli w kąpeli koagulującej i wynosi np. 1,5% kwasu siarkowego. Poza tym kąpiel rozciągająca może też zawierać drobne ilości soli, np. siarczanu sodu lub siarczanu cynku.

Znane jest również stosowanie wiskoz zawierających określoną ilość soli cynkowych; nitki z nich wykonane rozciąga się ewentualnie w kąpeli specjalnej, działającej na nitki spęczniająco, którą stosuje się w temperaturze pokojowej (patrz patent angielski nr 309053).

Obecnie stwierdzono, że znane te sposoby można znacznie ulepszyć. Ulepszenie polega na tym, że przy stosowaniu wiskoz zawierających sole cynkowe, nitki skoagulowane w rozcieńczonych kąpielach kwasu

siarkowego, zawierających sole metali, rozciąga się w ciepłych kąpielach wodnych.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest sposób wytwarzania nittek sztucznych z wiskozy w postępowaniu nieprzerywanym. Sposób powyższy odznacza się tym, że zawierającą cynk wiskozę przedzie się w kąpielach zawierających mało rozcieńczonego kwasu siarkowego, np. tylko 5—13% kwasu siarkowego, siarczanu potasowca, np. 18—32%, i 1—10% siarczanu cynku, przy czym nie rozłożone jeszcze na wodzian celulozy nitki po opuszczeniu kąpeli ścinającej rozciąga się silnie w podgrzanej ponad 60°C kąpeli wodnej, mogącej również zawierać sole potasowcowe, sole innych metali i drobne ilości kwasu.

Cynk rozpuszczony znajduje się w zasadowej wiskozie albo w postaci cynkanów, albo cynkoksantogenianu i może być dodawany w postaci cynkanu, tlenku cynku lub wodorotlenku cynku lub jako sól cynkowa do ługu merceryzującego, do alkalicelulozy, np. podczas rozdrabniania na włókna, albo do ługu służącego do wytwarzania ksantogenianu celulozy, albo do gotowej wiskozy. Skuteczne okazały się już ilości 0,1—3%, obliczone w stosunku do celulozy. Jak w znanych sposobach, również w sposobie według wynalazku nitka opuszczająca kąpiel ścinającą składać się musi w znacznej części z ksantogenianu celulozy, by mogła być rozciągana w ciepłych kąpielach z dobrym wynikiem odnośnie jej wzmocnienia. Przy opuszczeniu lub krótko po opuszczeniu ciepłej kąpeli nitka jest całkowicie przemieniona na wodzian celulozy. Działanie soli cynkowej w wiskozie polega na dalszym polepszeniu właściwości mechanicznych nittek w porównaniu do sposobów dotychczasowych. Polepszenie to zaznacza się szczególnie, gdy chodzi o przedzenie sztucznych włókien przędzalniczych, które przedzie się z dysz o licznych otworach, np. 2000 i więcej, w dyszy. Według wynalazku korzystnie jest przeprowa-

dząć całkowite rozciąganie nittek w ciepłej kąpeli rozkładającej. Jednakże jest też rzeczą możliwą rozciąganie nittek już w kąpeli ścinającej w stosunku do szybkości wytryskiwania nitki wychodzącej z dyszy, a główne rozciąganie skutecznie następuje w ciepłej kąpeli wodnej.

Jak wykazały próby, przy przedzeniu z wyciąganiem nittek z dysz o małej liczbie otworów (do mniej więcej 300), jakie się np. stosuje do wytwarzania jedwabiu sztucznego, uzyskuje się nitki o lepszych wytrzymałościach, aniżeli przy stosowaniu dysz o dużej liczbie otworów, np. 2000 i więcej, jakie się stosuje do wytwarzania sztucznych włókien przędzalniczych. Zawartość cynku w wiskozie polepsza rozciągłość nittek, szczególnie przy stosowaniu dysz z dużą liczbą otworów. Znacznie lepsze rozciąganie nittek osiąga się również przy przedzeniu z wiskozy zawierającej cynk i z wytworzonej celulozy gorszego gatunku.

Przykład I. Celulozę o lepkości 230 w roztworze miedziowoamoniakalnym zanurza się na 1½ godziny w temperaturze 14°C w 18%-owym ługu, do którego dodano 0,25% tlenku cynku lub 0,49% siarczanu cynku obliczonych w stosunku do wagi ługu, i po odcisnięciu alkalicelulozy do zawartości 31,3% celulozy i 15,1% NaOH rozdrabnia się przez 3 godziny w temperaturze 18°C. Po 30-godzinym dojrzewaniu w temperaturze 20°C alkalicelulozę traktuje się siarczkiem węgla. Do siarczowania stosuje się 45% dwusiarczku węgla w stosunku do celulozy zawartej w alkalicelulozie i przeprowadza się siarczowanie do końca przez 3 godziny w temperaturze 22—20°C. Ksantogenian rozpuszcza się przez 16 godzin w temperaturze 18°C w rozcieńczonym ługu sodowym na roztwór wiskozy o zawartości celulozy wynoszącej 5,34% i zawartości NaOH wynoszącej 6,3%. Lepkość gotowego do przedze-

nia roztworu, mierzona opadaniem kulki, wynosi 39 sek.

Uzyskaną wiskozę przedzie się z dyszy o 2500 otworach w kąpeli ścinającej, zawierającej 7,6% kwasu siarkowego, 7,8% siarczanu cynku i 24% siarczanu sodu. Temperatura przedzenia wynosi 50°C. Plastikne nitki, wyciągane z kąpeli przedzalniczej, rozciąga się o 91% ich uprzedniej długości pomiędzy 2 walcami, obracającymi się z różnymi szybkościami, z których jeden posiada szybkość obrotową 22 m, a drugi — 42 m na minutę, w ciepłej kąpeli wodnej w temperaturze 80°C.

Doprowadzania materiału nastawia się tak, że powstaje nitka o grubości wynoszącej 1,4 deniera, przy czym włókna te, mierzone w aparacie Schoppera, przy długości naciąganej nitki wynoszącej 1 cm wykazały następujące dane wytrzymałościowe:

Wytrzymałość na rozrywanie na sucho	na mokro	wydłużenie
3,38 kg	2,54 kg	20,4%

Przykład II. Alkalicelulozę wytwarza się tak, jak podano w przykładzie I. Rozdrobnioną alkalicelulozę traktuje się, od razu bez dojrzewania, 45% siarczku węgla i następnie rozpuszcza się ksantogennian celulozy; w ten sposób otrzymuje się wiskozę, która np. przy zawartości 5,7% celulozy i 6,4% NaOH posiada lepkość, mierzona opadaniem kulki, 328 sek.

Przędąc wiskozę jak w przykładzie I otrzymuje się włókna o grubości 1,4 denier o następujących danych wytrzymałościowych:

Wytrzymałość na rozrywanie na sucho	na mokro	wydłużenie
3,43 kg	2,66 kg	25%

Przykład III. Soli cynkowej dodaje się nie do ługu pierwszego, lecz do ługu rozpuszczającego, a mianowicie 0,025% tlenku cynku, w stosunku do wiskozy; ksantogennian celulozy rozpuszcza się otrzymując wiskozę o zawartości 5,5% celulozy, 6,5% NaOH i o lepkości 40 sek. Wiskozę przedzie się do kąpeli przedzalniczej, zawierającej 8% kwasu siarkowego, 6% siarczanu żelaza i 24% siarczanu sodu w temperaturze 50°C.

Jak w przykładzie I, nitki plastikne, wyciągnięte z kąpeli przedzalniczej, rozciąga się w ciepłej kąpeli wodnej między dwoma obracającymi się z różną szybkością walcami; otrzymuje się nitki o następujących danych wytrzymałościowych:

Grubość	Wytrzymałość		wydłużenie
	na rozrywanie na sucho	na mokro	
1,4 denier	3,45 kg	2,50 kg	20,8%

Badanie nitek przeprowadzono w aparacie Schoppera przy długości naciąganej nitki wynoszącej 1 cm.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania sztucznych nitek z wiskozy w postępowaniu ciągłym lub przerywanym, znamienny tym, że wiskozę zawierającą cynk przedzie się na nitki ksantogennianocelulozowe w kąpielach z rozcieńczonego kwasu siarkowego, zawierającego sole metali, np. sole cynku lub żelaza, a skoagulowane nitki rozciąga się w ciepłej wodzie, która zawierać może sole i kwas.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Zastępca: inż. F. Winnicki
rzecznik patentowy