

Warszawa, 6 lutego 1933 r.

2

URZĄD PATENTOWY



Do 1f 3/06

Urząd Patentowy
Republiki Polskiej

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 17425.

Kl. 29 b 3.

Leon Lilienfeld
(Wiedeń, Austria).

Sposób zwiększania rozciągliwości sztucznych włókien, wytworzonych z wiskozy przez strącenie mocnym kwasem mineralnym, w szczególności stężonym kwasem siarkowym.

Patent dodatkowy do patentu Nr 16398.

Zgłoszono 11 czerwca 1927 r.

Udzielono 9 listopada 1932 r.

Pierwszeństwo: 12 czerwca 1926 r. (Austria).

Najdłuższy czas trwania patentu do 19 maja 1947 r.

W patencie Nr 16398 opisany został sposób wytwarzania sztucznych włókien z wiskozy, które na sucho wykazują wytrzymałość 2 g na denier, a nawet 3, 4 i 5 g na denier i powyżej. Według tego sposobu wiskozę przedzie się do stężonego kwasu mineralnego, w szczególności do kwasu siarkowego, zawierającego nie mniej niż 50 — 55%, H_2SO_4 a najlepiej do kwasu zawierającego 60 — 65% H_2SO_4 .

Wynalazek niniejszy stanowi dalsze rozwinięcie sposobu, opisanego w powyższym patencie.

W wielu wypadkach pożądane jest zwiększenie rozciągliwości otrzymanych

według patentu głównego sztucznych włókien, np. sztucznego jedwabiu, włókien pęczkowych, sztucznej wełny, bez szkodliwego wpływu na ich wytrzymałość albo połysk.

Zgodnie z wynalazkiem można to osiągnąć przez obróbkę włókien środkami, powodującymi ich kurczenie się w warunkach, umożliwiających to kurczenie się.

Jako takie środki nadają się szczególnie środki merceryzujące: więc przede wszystkim roztwory wodorotlenków alkaliów, a w szczególności roztwory, zawierające nie mniej niż 18% alkaliów żrących (licząc jako $NaOH$). Dobre wyniki otrzy-

muje się również przy zastosowaniu innych środków merceryzujących, np. stężonego roztworu siarczku alkalicznego (np. roztworu siarczku sodowego przynajmniej 18%-go, np. 30 — 58%-go) albo mocnego kwasu mineralnego) np. kwasu siarkowego o stężeniu 46—60° Bé, lub kwasu fosforowego o ciężarze właściwym 1,5 — 1,8, lub kwasu azotowego 50 — 60%-owego, lub kwasu solnego 26 — 32%-owego albo roztworu chlorku cynkowego lub siarkocyjanianu, np. siarkocyjanianu wapniowego i t. d.

Obróbkę sztucznych włókien środkami, powodującymi ich kurczenie się, można przeprowadzać rozmaicie, np. przez zanurzenie tych włókien albo materiałów je zawierających w roztworze substancji, powodującej kurczenie się albo przez przeprowadzenie sztucznych włókien lub materiałów je zawierających przez roztwór środka kurczącego, albo przez potraktowanie sztucznych włókien, względnie składających się z nich lub zawierających je produktów, rozpylonym roztworem środka kurczącego, albo przez przeprowadzenie sztucznych włókien lub zawierających je materiałów przez walce, stykające się z roztworem środka kurczącego, albo przez fularowanie, maglowanie, przeciąganie, nawijanie i t. d. czyli, krótko mówiąc, jakimkolwiek sposobem nasycania, powlekania, impregnowania, nawijania i t. d.

Sposób według wynalazku nadaje się zarówno do obróbki samych sztucznych włókien, np. sztucznego jedwabiu w postaci przędzy (włókien, nici w motkach i zwójkach albo w formie pasma lub tym podobnych postaciach), jak i do obróbki sztucznych włókien np. sztucznego jedwabiu albo włókien pęczkowych w postaci tkanin, a mianowicie do obróbki przędzy i tkanin, złożonych wyłącznie ze sztucznych włókien, np. ze sztucznego jedwabiu albo sztucznej wełny albo z włókien pęczkowych, albo do obróbki przędzy i tkanin mie-

szanych, to jest zawierających oprócz nitów sztucznych jeszcze inny materiał włóknisty, np. naturalną bawełnę, jedwab albo wełnę lub tym podobne. Nazwę „sztuczne włókna” oznaczono w całym opisie i zastrzeżeniach, gdzie tylko wynika to z sensu, sztuczne włókna jak sztuczny jedwab, sztuczną wełnę, sztuczny włos i t. d. w jakiegokolwiek z wyżej wymienionych postaci.

Wynik obróbki zależy od tego, czy sztuczne włókna, względnie materiały je zawierające tak zostały potraktowane środkami kurzącymi, żeby skurczenie utrzymało się całkowicie w stopniu, zależnym od jakości i stężenia użytego środka, albo też tylko w części tego stopnia, to znaczy, że obrabianego materiału podczas obróbki albo po obróbce nie powinno się wcale rozciągać, a jeżeli się to czyni, to trzeba mu potem pozwolić na całkowite lub częściowe zbiegnięcie się.

Należy zauważyć, że przy traktowaniu sztucznych nici według wynalazku nie jest potrzebne nasycanie lub powlekanie nici sztucznych środkiem ochronnym od alkaliów żrących przed poddawaniem tych nici działaniu środków ściągających, ponieważ nici sztuczne, traktowane według wynalazku, o tyle różnią się od znanych nici ze sztucznego jedwabiu, że opierają się one działaniu środków ściągających i nie zostają przytem uszkodzone, jednak traktowanie środkiem ochronnym nie powinno być uważane jako przekraczające granice wynalazku, ponieważ traktowanie takie nie przeszkadza osiągnięciu pożądanego wyniku.

Obróbkę według wynalazku i odsiarkowanie włókien można połączyć w jeden zabieg. Można więc do kąpeli odsiarkowującej dodać wystarczającą ilość środka kurczącego, np. alkaliów żrących. Jeżeli zaś jako kąpiel odsiarkowującą zastosować stężony roztwór siarczku alkalicznego, to zbyt znaczne się staje dodawanie środka kurczącego.

Do środka kurczącego, np. do roztworu alkaliów żrących, można dodać pewną ilość soli obojętnej albo reagującej alkalicznie, np. chlorku sodowego, siarczanu sodowego, krzemianu sodowego, glinianu sodowego, cynkanu sodowego, boraksu, fosforanu sodowego, octanu sodowego albo jedno — lub wielowartościowego alkoholu, jak alkoholu etylowego albo gliceryny.

Sposób według wynalazku pozwala podnieść rozciągliwość sztucznych włókien od 30 do 200% tak, iż nawet włóknom najmniej rozciągliwym można nadać rozciągliwość, wynoszącą przynajmniej 8%. Prócz tego wynalazek niniejszy zwiększa również sprężystość włókien.

Poniższy szereg przykładów służy do bliższego wyjaśnienia sposobu według wynalazku. Dane liczbowe dotyczą części wagowych.

Przykład I. Włókna jedwabiu wiskozowego, wytworzone według patentu głównego, w stanie gotowym, suchym, lecz niebiełonym, w postaci pasma wkłada się, nie rozciągając ich, do roztworu 18 do 25%-owego ługu sodowego o temperaturze 15 — 18°C. Po upływie 1 do 5 minut pasmo się wyjmuje i następnie, w razie potrzeby, po usunięciu nadmiaru ługu przez wybicie lub wyzęcie, ewentualnie po krótkim przemyciu, wprowadza się je na przeciąg 5 minut do 5 — 10%-owego kwasu siarkowego o temperaturze pokojowej; zamiast kwasu siarkowego można użyć gorący albo zimny 5 — 25%-owy roztwór siarczanu amonowego albo 4%-owy roztwór kwasu solnego. Późem jedwab się wymywa, na żądanie — bieli i suszy bez rozciągania albo rozciągając go niezbyt silnie.

Przykład II. Przebieg pracy, jak w przykładzie I z tą różnicą, że jako środek kurczący, stosuje się roztwór 200 części chlorku sodowego w 1500 częściach 20%-owego ługu sodowego.

Przykład III. Przebieg pracy, jak w przykładzie I, z tą różnicą, że jako środek

kurczący stosuje się roztwór 88 części siarczanu sodowego w 1500 częściach 20%-owego ługu sodowego.

Przykład IV. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie I, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się mieszaninę 1500 części 22,5%-owego ługu sodowego ze 150 częściami szkła wodnego o stężeniu 39° Bé.

Przykład V. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie I, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się 20%-owy ług sodowy, zawierający 8 do 10% gliceryny.

Przykład VI. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie I, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się roztwór 270 części wodorotlenku sodowego i 450 części siarczku sodowego w 1050 częściach wody.

Przykład VII. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie I, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się 50 — 58%-owy roztwór siarczku sodowego.

Przykład VIII. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie I, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się 30 — 50%-owy roztwór siarczku sodowego, zawierający 1 — 5% wodorotlenku sodowego.

Ponieważ stężone roztwory siarczku sodowego działają jako środek odsiarkowujący, więc przy postępowaniu według przykładów VI, VII i VIII zbyteczne jest uprzednie odsiarkowywanie.

Przykład IX. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie I, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się 18 — 22%-owy ług sodowy, zawierający 8 — 10% siarczku sodowego. Również i tutaj zbyteczne jest uprzednie odsiarkowywanie.

Przykład X. Jedwab sztuczny przedzie się według patentu głównego na cewkę, poczem po krótszym lub dłuższym przemywaniu skręca się go na nić i zwija w pasmo. To ostatnie odsiarkowuje się jeszcze w stanie mokrym w znany sposób zapomocą ciepłego rozcieńczonego roztworu siarczku sodowego, poczem, w razie potrzeby, po po-

nowym przemyciu, bez rozciągania wprowadza się je do roztworu 200 części chloru sodowego albo 88 części siarczanu sodowego w 1500 częściach 20% -owego ługu sodowego, gdzie się je pozostawia na przeciąg 1 do 5 minut. Następnie wprowadza się pasmo na 5 minut do 5 — 10% -owego kwasu siarkowego w temperaturze pokojowej albo do 25% -owego roztworu siarczanu amonowego w temperaturze pokojowej albo przy 50°C. Późem pasmo się przemywa, w razie potrzeby bieli i suszy bez rozciągania albo słabo rozciągnięte.

Przykład XI. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie X, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się mieszaninę 1500 części 22,5% -owego ługu sodowego ze 150 częściami szkła wodnego o stężeniu 39° B_e.

Przykład XII. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie X, z tą różnicą, że pasma się nie odsiarkowuje lecz tylko je wymywa, i że, jako środek kurczący, stosuje się roztwór 270 części wodorotlenku sodowego i 540 części siarczku sodowego w 1050 częściach wody; roztwór ten służy jednocześnie do odsiarkowywania włókien.

Przykład XIII. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie X, z tą różnicą, że pasma się nie odsiarkowuje lecz tylko je przemywa i że jako środek kurczący stosuje się 58% -owy roztwór siarczku sodowego, działający jednocześnie odsiarkowująco.

Przykład XIV. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie XII, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się 30 — 50% -owy roztwór siarczku sodowego, zawierający 1 — 5% wodorotlenku sodowego i służący jednocześnie jako środek odsiarkowujący.

Przykład XV. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie XII, z tą różnicą, że jako środek kurczący stosuje się 18 — 22% -owy ług sodowy zawierający 8 — 10% siarczku sodowego.

Przykład XVI. Przebieg pracy taki sam,

jak w jednym z poprzednich przykładów, z tą różnicą, że podczas pewnej części obróbki jedwab sztuczny poddaje się rozciągnięciu, jednakże pod koniec obróbki albo po potraktowaniu środkiem kurczącym pozwala mu się na całkowite lub częściowe skurczenie się.

Przykład XVII. Tkaninę, złożoną z jedwabiu wiskozowego, wytworzonego według patentu głównego, lub zawierającą taki jedwab przeprowadza się przez jedną z wymienionych w poprzednich przykładach kąpiei kurczących. Podczas albo po traktowaniu środkami kurczącymi pozwala się na zbiegnięcie się tkaniny i po usunięciu, na żądanie, nadmiaru środka kurczącego przez zbijanie lub wyłoczenie, ewentualnie po krótkim przemyciu wprowadza się tkaninę do rozcieńczonego (5 — 10% -owego) kwasu siarkowego, płócze i suszy, stosując umiarkowane rozciąganie, albo nie stosując go wcale.

Przykład XVIII. Przebieg pracy taki sam, jak w przykładzie XVII, z tą różnicą, że tkanina oprócz sztucznego jedwabiu albo włókien pęcakowych zawiera jeszcze bawełnę.

Przykład XIX. Przebieg pracy taki sam, jak w jednym z poprzednich przykładów, z tą różnicą, że obróbce poddaje się sztuczny jedwab w postaci pasma.

Przykład XX. Przebieg pracy taki sam, jak w jednym z poprzednich przykładów, z tą różnicą, że przedzę wygładza się lub apretuje 2 — 3% -owym roztworem skrobi, jeszcze przed poddaniem jej działaniu środka kurczącego.

Można również stosować i inne środki kurczące, niż wymienione w powyższych przykładach, a więc np. zamiast roztworu wodorotlenku sodowego, można stosować inny roztwór alkaliów żrących, np. ług potasowy o równoważnym stężeniu; zamiast siarczku sodowego można stosować inny siarczek alkaliczny, np. siarczek potasowy albo można stosować 47 — 50% -owy kwas

siarkowy, lub 27 — 30%-owy kwas solny lub 50 — 60%-owy kwas azotowy lub wreszcie 40 — 80%-owy roztwór siarkocyanianu wapniowego. Sztuczne włókna można poddać pęcznieniu albo traktować je w znany sposób w temperaturze pokojowej albo podwyższonej pod ciśnieniem atmosferycznym lub zwiększonym środkiem alkalicznym, np. węglanem sodowym albo wodorotlenkiem wapniowym, albo bardzo rozcieńczonym roztworem alkaliów żrących albo roztworem węgla sodowego i bardzo rozcieńczonym roztworem alkaliów żrących, albo roztworem mydła, oleju, czerwieni tureckiej lub tym podobnymi środkami.

Wyrażenie: „środek merceryzacyjny” należy rozumieć w opisie i zastrzeżeniach jako wszystkie znane środki, stosowane dotychczas w technice merceryzacyjnej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób zwiększania rozciągliwości sztucznych włókien o wysokiej wytrzymałości w suchym stanie wynoszącej ponad 2 g na denier, wytworzonych z wiskozy zapomocą kąpieli strącającej, składającej się z mocnego kwasu mineralnego lub zawierającej taki kwas, w szczególności zapomocą kąpieli strącających, zawierających najmniej 50 — 55% H_2SO_4 według patentu Nr 16398, znamieny tem, że włókna suche, wilgotne albo mokre traktuje się jednym albo kilkoma środkami, powodującymi kurczenie się włókien.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że jako środek kurczący stosuje się jakikolwiek znany środek merceryzujący.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że jako środek kurczący stosuje się roztwór alkaliów żrących w ewentualnie w obecności obojętnej lub alkalicznie reagującej soli.

4. Sposób według zastrz. 3, znamieny tem, że jako środek kurczący stosuje się roztwór alkaliów, przynajmniej 18%-owy (w przeliczeniu na $NaOH$).

5. Sposób według zastrz. 3 i 4, znamieny tem, że jako środek kurczący stosuje się ciecz, zawierającą alkalia żrące i siarczek alkaliczny.

6. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że jako środek kurczący stosuje się roztwór siarczku alkalicznego co najmniej 18%-owy, najlepiej co najmniej 30%-owy (w przeliczeniu na Na_2S).

7. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamieny tem, że podczas obróbki włókien się nie rozciąga, lub też rozciąga się je w stopniu nieznacznym.

8. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamieny tem, że podczas obróbki środkiem kurczącym włókno poddaje się rozciąganiu, lecz rozciągnięcie to jeszcze podczas obróbki lub po niej przynajmniej częściowo się znosi.

Leon Lilienfeld.
Zastępca: Inż. M. Brokman,
rzecznik patentowy.