

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 30673

Kl. 29 b, 3/02

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

Sposób wytwarzania włókien i nici sztucznych z wiskozy

Zgłoszono 22 lipca 1940

Udzielono 2 czerwca 1942

Pierwszeństwo: 22 lipca 1939 (Niemcy)

Znane jest wytwarzanie z wiskozy włókien i nici sztucznych o dużej wytrzymałości bez stosowania bardzo stężonych kwaśnych kąpiei. Wytwarza się np. włókna o wytrzymałości ponad 2 g na denier przez przedzenie wiskozy do kąpiei, które zawierają mniej niż 7% kwasu siarkowego zawierając ewentualnie siarczan amonu i siarczan sodu, przy czym podczas obróbki mającej na celu przeprowadzenie wiskozy w hydrocelulozę włókna te rozciąga się przynajmniej o 25%. Proponowano również spęcznieć w kąpiei pośredniej włókna, gdy opuściły one kąpiel zawierającą mniej niż 7% kwasu siarczanego, i dopiero wówczas stosować lub kończyć wyciąganie. Jako kąpiei pośredniej używano wody lub roztworu substancji reagujących zasadowo, do

których były dodawane substancje obojętne, związki nieorganiczne lub organiczne, alkohole, aldehydy, aminy lub nawet kwasy. Podczas spęczniania lub po spęcznieniu włókna rozciąga się o 25 — 100% i więcej swej uprzedniej długości i wreszcie przeprowadza w hydrocelulozę.

Znane są również sposoby, według których włókna, wyprzędzone z wiskozy do kwaśnej kąpiei, są silnie wyciągane w gorącej wodzie. W celu zwiększenia skuteczności kąpiei przedziałniczych dla dalszego wzmocnienia włókien w myśl innego sposobu do kąpiei dodaje się dwuwartościowych soli, np. siarczanu cynku, a włókna przedzone do tych kąpiei rozciąga w gorących rozcieńczonych kwasach.

Wreszcie znany jest również sposób wy-

tworzenia bardzo mocnych włókien sztucznych polegający na tym, że wiskozę przedzie się do kąpeli kwasu siarkowego zawierających sól, po czym świeżo strącone włókna wprowadza się w celu spęczenia po opuszczeniu kąpeli strącającej do kąpeli zasadowej, zawierającej cynk lub glin, a następnie spęczone włókna wyciąga się w kąpeli spęczniającej lub po kąpeli spęczniającej w powietrzu, gorącej wodzie lub w gorącej parze wodnej.

Okazało się, że w szczególnie prosty sposób już przy pomocy zwykłych kąpeli Müllera z więcej niż 7% kwasu siarkowego, nie zawierających ani cynku, ani innego wielowartościowego metalu, również i bez stosowania takich kąpeli spęczniających, zawierających wielowartościowe związki metali, można uzyskiwać bardzo mocne włókna, które szczególnie w mokrym stanie posiadają dużą wytrzymałość i których rozciągliwość przekracza 100%.

Sposób według wynalazku polega na tym, że wiskozę przedzie się do kąpeli, zawierającej siarczan sodu i kwas siarkowy, przy czym zawartość kwasu siarkowego wynosi np. 10 — 14%, po czym świeżo wyprzedzone włókna wprowadza się w celu spęczenia do gorącej, zasadowej kąpeli spęczniającej, nie zawierającej wielowartościowych związków metali, a następnie spęczone włókna silnie wyciąga się bądź w kąpeli spęczniającej, bądź w specjalnych gorących roztworach soli, bądź też w gorącej parze wodnej. Sposób według wynalazku ma tę zaletę w porównaniu ze sposobami znanymi, że nie stosuje się roztworu wielowartościowych związków metali ani w kąpeli przedzalniczej, ani w kąpeli spęczniającej. Ma on prócz tego tę zaletę, że kąpiele zawierające siarczan sodu z 10 — 14% kwasu siarkowego są skuteczniejsze niż kąpiele o zawartości tylko 7% kwasu siarkowego. W przeciwieństwie do znanych sposobów, w których nie są stosowane wielowartościowe sole metali w kąpeli

przedzalniczej lub w których stosuje się kąpiele spęczniające tylko w zwykłej temperaturze, sposobem według wynalazku otrzymuje się włókna o lepszych stałych fizycznych. Sposób według wynalazku przeto szczególnie dobrze daje się stosować do wytwarzania włókien na dużą skalę.

Przy wykonywaniu sposobu po kwaśnej kąpeli przedzalniczej i przed zasadową kąpielą spęczniającą można stosować kąpiel pośrednią, która wymywa włókna z większej części kwasu, który przylgął do nich, oraz zapobiega szybkiemu zużywaniu się zasady w kąpeli spęczniającej. Jako kąpiel pośrednia może być stosowana w temperaturach 40 — 50°C kąpiel wodna, zawierająca sól, z dodatkiem środka zwilżającego, trwałego w ośrodku zasadowym. Środki zwilżające, odporne na zasady, są znane z literatury, np. z „Textilhilfsmittel-tabellen vom Dr. I. Hetzer, 2 wydanie, Berlin 1938”. Samą kąpiel spęczniającą stosuje się w temperaturze powyżej 70°C, najlepiej w temperaturze powyżej 95°C. Składa się ona z 10 — 30%-owego roztworu siarczanu sodu, który zawiera 0,2 — 5% ługu sodowego. W takiej kąpeli spęczniającej włókna mogą być wyciągane o 50 — 100% swej długości.

Przy przeprowadzaniu sposobu według wynalazku najlepiej jest stosować wiskozę wytworzoną z wartościowego gatunku celulozy o dużej zawartości α -celulozy. Okazało się korzystne stosowanie wiskozy zawierającej pewien chociaż nawet tylko nieznaczny dodatek celulozy możliwie wysoko spolimeryzowanej. Dzięki temu otrzymuje się włókna, które przy bardzo dużej wytrzymałości posiadają wystarczającą rozciągliwość.

Przykład I. Wiskozę z 8%-ami celulozy i 6,5%-ami zasady przedzie się przy wartości $\gamma = 45$ z dyszy z 600 otworami o średnicy 0,07 mm do kąpeli przedzalniczej, która zawiera 10% kwasu siarkowe-

go i 30% siarczanu sodu i jest utrzymywana w temperaturze 45 — 50°C. Włókna odciąga się z dyszy z szybkością 25 m oraz przeprowadza przez kąpiel przedziałniczą na długości 15 cm. Po opuszczeniu kąpeli strącającej wiązka włókien zostaje przeprowadzona na długości 60 — 80 cm przez ogrzany do 50°C 20%-owy roztwór siarczanu sodu i następnie na długości 80 — 100 cm przez kąpiel spęczniającą, która zawiera 1 — 2% ługu sodowego i 20% siarczanu sodu oraz jest utrzymywana w temperaturze 95 — 100°C. W czasie przechodzenia przez kąpiel spęczniającą wiązka włókien zostaje rozciągnięta o 100% swej pierwotnej długości i wreszcie pod napięciem zakwaszona, do czego używa się 5%-owego kwasu siarkowego. Długość drogi w kąpeli zakwaszającej wynosi 80 — 100 cm. Włókna, wyprzędzone w ten sposób, mają wytrzymałość w stanie suchym 3,3 g na denier, a w stanie mokrym — 2,2 g na denier przy 12 — 15%-ach rozciągliwości.

Przykład II. Błonnik o zawartości 96%-ów α -celulozy przerabia się na wiskożę z 6%-ami celulozy i 8,5%-ami zasady, którą przedzie się przy wartości $\gamma = 45$. Kąpiel strącająca, którą stanowi wodny roztwór 12%-owego kwasu siarkowego i 28%-owego siarczanu sodu, jest utrzymywana w temperaturze 45 — 50°C. Długość drogi włókien w kąpeli strącającej wynosi 15 cm. Włókno sztuczne, wyprzędzone za pomocą dyszy o 600 otworach średnicy 0,07 mm, jest odciągane z szybkością 25 m i bądź bezpośrednio po opuszczeniu kąpeli strącającej, bądź po przejściu przez kąpiel pośrednią jest rozciągane w kąpeli spęczniającej, ogrzanej do 95°C, na podwójną swą pierwotną długość. Gorąca kąpiel spęczniająca zawiera 2% ługu sodowego i 25% siarczanu sodu. Kąpiel pośrednią, którą się stosuje po kąpeli strącającej i przed kąpielą spęczniającą, stanowi 20%-owy roztwór siarczanu sodu utrzy-

mywany w temperaturze 50°C. Kwas siarkowy, który został porwany przez włókna do kąpeli pośredniej, jest zobojętniany ługiem sodowym, tak iż kąpiel pozostaje stale obojętna. Długość drogi włókien wynosi w kąpeli wymywającej i spęczniającej 80 — 100 cm. Po opuszczeniu kąpeli spęczniającej włókna zostają zakwaszone rozcieńczonym kwasem siarkowym. Uzyskane włókna mają wytrzymałość w stanie suchym 3,7 g na denier i w stanie mokrym — 2,6 g na denier przy 12 — 15% rozciągliwości.

Przykład III. Sposób pracy taki, jak podano w przykładzie I, z tą różnicą, że jako kąpiel pośrednią między kąpielą spęczniającą a kąpielą strącającą stosuje się 20%-owy roztwór siarczanu sodu w temperaturze 50°C, który prócz siarczanu sodu zawiera 2% „igepalu”. Otrzymane włókna mają wytrzymałość w stanie suchym 3,6 g na denier, a w stanie mokrym — 2,4 g na denier przy 12 — 14% rozciągliwości.

Przykład IV. 6 części otrzymanej z lintersu wiskozy o dużej lepkości, wytworzonej z niedojrzałej alkaliceulozy przez siarkowanie 50%-ami siarczku węgla w atmosferze azotu i rozpuszczanie oraz zawierającej 5% celulozy i 6,5% zasady (wartość $\gamma = 60$; czas upadku kuli 700”), miesza się po dojrzewaniu w ciągu 24 godzin w temperaturze 10°C z 94 częściami zwykłej wiskozy o małej lepkości wytworzonej z celulozy siarczynowej i zawierającej 8% celulozy, 6,5% zasady (wartość $\gamma = 45$; czas upadku kuli 25”). Lepkość wiskozy po zmieszaniu, mierzona według upadku kuli, wynosi 44”. Wiskożę przedzie się w temperaturze 45°C do kąpeli zawierającej 10% H_2SO_4 i 30% Na_2SO_4 , przy czym włókna po przejściu przez słabo zasadową kąpiel wymywającą o temperaturze 40°C, zawierającą Na_2SO_4 , zostają rozciągnięte o 100% w temperaturze 95 — 100°C w kąpeli zawierającej 10 — 20%

Na_2SO_4 i 1 — 2% NaOH , a następnie zakwaszone. Włókna posiadają przy mianie 1,8 — 2,0 denierów

wytrzymałość w stanie suchym 3,7 — 4 g/denier

wytrzymałość w stanie mokrym 2,4 — 2,6 g/denier

i rozciągliwość..... 16 — 20%.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania włókien i nici sztucznych z wiskozy przy stosowaniu kąpieli przedziałniczych, zawierających kwas siarkowy i siarczan sodu, znamienny tym, że roztwór wiskozy przedzie się do kąpieli, które wraz z siarczanem sodu zawierają 10 — 14% kwasu siarkowego i nie zawierają wielowartościowych soli metali, po czym świeżo wyprzedzone włókna poddaje się spęcznianiu w gorącej zasadowej kąpieli

spęczniającej, która również nie zawiera dodatku wielowartościowych związków metali, a następnie spęcznione włókna rozciąga się silnie bądź w samej kąpieli spęczniającej, bądź w specjalnym gorącym roztworze solnym, bądź też w gorącej parze wodnej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że po obróbce kąpielą przedziałniczą i przed obróbką kąpielą spęczniającą stosuje się jako kąpiel wymywającą roztwór siarczanu sodu o temperaturze 40 — 50°C.

3. Sposób według zastrz. 2, znamienny tym, że do kąpieli wymywającej dodaje się środków zwilżających.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Zastępca: inż. J. Wyganowski
rzecznik patentowy