

Warszawa, 5 kwietnia 1933 r.

2

C08b 9/00

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 17838.

Kl. 29 b 3.

Leon Lilienfeld
(Wiedeń, Austria).

Sposób określania zgóry lepkości wiskozy do wytwarzania sztucznych nici i innych produktów.

Zgłoszono 28 maja 1931 r.

Udzielono 19 stycznia 1933 r.

Pierwszeństwo: 28 maja 1930 r. dla zastrz. 1; 25 marca 1931 r. dla zastrz. 2 (Wielka Brytania).

Niniejszy wynalazek dotyczy wytwarzania z wiskozy sztucznych nici i innych produktów, zwłaszcza sztucznych nici o dużej wytrzymałości w stanie suchym i mokrym.

Przerób wiskozy na materiały sztuczne, zwłaszcza na sztuczne nici, posiadające dużą wytrzymałość w stanie suchym i mokrym, był dotychczas możliwy tylko przy użyciu takich kąpeli strącających (np. mocne kwasy mineralne, w szczególności mocny kwas siarkowy), które na materiały sztuczne, zwłaszcza na sztuczne nici, wywierają podczas i natychmiast po koagulacji działanie uplastyczniające (patent Nr

9752, patenty Nr Nr 16398, 19699, 17424 i angielskie patenty Nr Nr 298548 i 274690).

Przy pomocy tych sposobów można wytwarzać sztuczne włókna, np. sztuczny jedwab o wytrzymałości na sucho od 4 do 6 g na denier i wyżej i na mokro od 2 do 4 g na denier i wyżej.

Proponowano również wytwarzanie sztucznych nici o dużej wytrzymałości na sucho i na mokro w ten sposób, że do stosowanych w technice wiskozowej kąpeli przedziałniczych, np. do 10%-owego kwasu siarkowego albo do tak zwanej kąpeli Müllera i tym podobnych, przędzie się zupełnie niedojrzałą wiskozę, wytworzoną z

zupełnie niedojrzałej alkalicelulozy, do której przygotowania użyto celulozy, bogatej w α -celulozę. Sposoby te mają dawać w wyniku sztuczne nici o wytrzymałości na sucho, wynoszącej mniej więcej 3 g na denier.

Niejednokrotnie usiłowano ulepszyć własności, zwłaszcza wytrzymałość jedwabiu wiskozowego, bez stosowania przy przedzeniu kąpieli ze stężonych kwasów. Wieloletnie prace wynalazcy doprowadziły go do przekonania, że można wytworzyć materiały sztuczne o dużej wytrzymałości na sucho i na mokro z wiskozy dojrzałej lub świeżej, wytworzonej z dojrzałej albo z niedojrzałej alkalicelulozy, pod warunkiem, aby stopień lepkości wiskozy był w pewnym określonym stosunku do zawartości celulozy w wiskozie.

W związku z tem, wynalazek niniejszy polega na przedzeniu wiskozy albo na jakiegokolwiek innej przeróbce na inne materiały sztuczne, niezależnie od tego, czy użyto wiskozy, czy alkalicelulozy dojrzałej, czy niedojrzałej, przy użyciu zwykłych znanych w technice kąpieli strącających (np. kąpieli Müllera lub innej). Jak już wspomniano, lepkość wiskozy winna być uzgodniona z pewnymi wymaganiami, które, jak się wydaje, mogą być ujęte najlepiej i najwyraźniej dla celów praktycznych w następującą regułę (w której wynalazca próbował połączyć wyniki swych długoletnich prac).

Stosunki ilościowe celulozy do ługu sodowego w wiskozie winny być takie, aby lepkość wiskozy (w porównaniu z gliceryną o ciężarze właściwym 1,26) nie była o wiele niższa od 50%, najlepiej nie niższa niż 75 do 100% procentowej ilości oznaczalnej analitycznie celulozy, zawartej w wiskozie.

Szczególnie pomyślne wyniki otrzymano w następujący sposób.

Stosując wiskożę o zawartości około 3% lub więcej celulozy, otrzymał wynalazca

szczególnie dobre wyniki, jeśli przy użyciu wiskoz o zawartości mniej więcej 3% lub więcej celulozy lepkość wynosiła nie mniej niż $\frac{c^4 - 6c^2}{4a}$, a najlepiej nie mniej

niż $\frac{c^4 - 6c^2}{3a}$, zaś w przypadku wiskoz o zawartości celulozy mniej więcej 3% lub mniej, gdy lepkość wiskozy wynosiła nie mniej niż $\frac{2c}{a}$, a najlepiej nie mniej niż $\frac{3c}{a}$,

gdzie c oznacza ilość celulozy, zawartą w 100 częściach wagowych wiskozy, zaś a oznacza zawartą w 100 częściach wagowych wiskozy ilość wodorotlenku potasowego (obliczoną jako NaOH).

O ile wynalazca mógł stwierdzić, kwestja, czy celuloza wyjściowa jest bogata w α -celulozę, nie jest zasadnicza dla niniejszego sposobu. Albowiem, chociaż wynalazca w toku prób, które doprowadziły do niniejszego wynalazku, używał przede wszystkim pewnej liczby sprzedażnych i używanych w technice wiskozy gatunków błonnika drzewnego i lintersów (wypróbowano, rzecz jasna, nie wszystkie rodzaje celulozy, lecz ograniczono się do 5 lub 6 różnych gatunków), otrzymał on według niniejszego sposobu, prawie we wszystkich przypadkach, materiały sztuczne, w szczególności sztuczne nici, posiadające wspomniane wyżej własności.

Jasne jest, że najlepsze warunki pracy, gwarantujące powodzenie, zależą od danych okoliczności i że konieczne są próby wstępne, aby w każdym przypadku uczynić zadość wszystkim wymaganiom. Podane poniżej wyjaśniające przykłady należy uważać za ogólną wskazówkę, wobec czego wynalazek nie ogranicza się temi przykładami.

Przykład I, $a - e$. Wiskoza, wytworzona z niedojrzałej alkalicelulozy, do wytworzenia której użyto lintersów o dużej lepkości albo błonnika drzewnego o dużej lepkości albo mieszaniny lintersów baweł-

nianych z błonnikiem drzewnym, zawierająca 5% oznaczalnej analitycznie celulozy i 8% NaOH i posiadająca lepkość 20 do 22, w porównaniu z gliceryną o ciężarze właściwym 1,26, została w następujący sposób wyprzedzona w stanie niedojrzałym, lub też po dojrzewaniu w temperaturze 15°C w ciągu 24 albo 48 godzin albo 72 albo 96 godzin.

Roztwór przedzalniczy przetłaczano z szybkością 5 do 6 cm^3 na minutę przez dyszę platynową, posiadającą 100 otworów o średnicy 0,08 mm, do kąpeli, zawierającej 10% H_2SO_4 , albo do kąpeli, zawierającej 10% H_2SO_4 i 20% Na_2SO_4 , albo do kąpeli, zawierającej 16% H_2SO_4 i 30% Na_2SO_4 i posiadającej temperaturę 16°C , przyczem nitki przechodziły w kąpeli drogę długości 80 cm. Następnie nitka przebywała w powietrzu drogę 165 cm i była nawijana na cewkę, obracającą się z taką szybkością, że nitka była wyciągana z szybkością 40 m na minutę. W powietrznym przebiegu nitki były ustawione pod kątem do siebie trzy szklane walce lub wałeczki, po których przesuwali się nici i które wywierały dodatkowe napięcie lub ciągnięcie na nitki. Dolna część cewki obracała się w 10%-owym kwasie siarkowym.

Otrzymane w ten sposób nici składają się z poszczególnych włókien o mniej więcej 1 do 1,3 denierach.

b. Sposób pracy, jak w punkcie a, z tą jednak różnicą, że temperatura kąpeli przedzalniczych wynosiła 5°C .

c. Sposób pracy, jak w punkcie a albo b, z tą jednak różnicą, że na minutę przetłaczano mniej więcej 2,5 do 3 cm^3 roztworu przedzalniczego i że szybkość wyciągania wynosiła 30 m na minutę.

Miano poszczególnych włókien wynosiło mniej więcej 0,6 do 0,8 deniera.

d. Sposób pracy, jak w punktach a albo b, z tą jednak różnicą, że na minutę przetłaczano mniej więcej 3 do 3,5 cm^3 roztworu przedzalniczego, że dysza posia-

dała 54 otwory o średnicy 0,1 mm oraz że szybkość wyciągania wynosiła 18 na minutę.

e. Sposób pracy, jak w punktach a, c albo d, z tą jednak różnicą, że temperatura kąpeli przedzalniczej wynosiła 45°C .

Przykład II, a — e. Postępowanie, jak w jednym z przykładów I, a do e, z tą jednak różnicą, że wiskozę wytwarzano z alkalicelulozy, której dano dojrzewać przy 15°C przez 48 godzin. Lepkość wiskozy wynosiła mniej więcej 15 do 19 w odniesieniu do gliceryny o ciężarze właściwym 1,26. Celuloza (lintersy albo błonnik drzewny albo mieszanina lintersów i błonnika drzewnego), używana do tej wiskozy, winna być takiego rodzaju, aby wytwarzana z niej alkaliceluloza po 48-godzinnem dojrzewaniu osiągała podaną wyżej lepkość.

Przykład III, a — e. Postępowanie, jak w jednym z przykładów I, a do e, albo II, a do e, z tą jednak różnicą, że wiskoza zawierała mniej więcej 3% oznaczalnej analitycznie celulozy i 5% NaOH , że lepkość wiskozy wynosiła mniej więcej 1,2 do 2,2 w odniesieniu do gliceryny o ciężarze właściwym 1,26 oraz że na minutę przetłaczano następujące ilości wiskozy:

przędzenie a	14 cm^3
" c	7 "
" d	8 " .

Przykład IV, a — e. Postępowanie, jak w jednym z przykładów I, a do e, albo II, a do e, albo III, a do e, z tą jednak różnicą, że wiskoza posiadała mniej więcej 5,5% oznaczalnej analitycznie celulozy i 8% NaOH i że lepkość wiskozy wynosiła mniej więcej 45 w odniesieniu do gliceryny o ciężarze właściwym 1,26.

Przykład V, a — e. Postępowanie, jak w jednym z przykładów I, a do e, albo II, a do e, z tą jednak różnicą, że wiskoza posiadała mniej więcej 4% oznaczalnej analitycznie celulozy i 5% NaOH , że lep-

kość wiskozy wynosiła mniej więcej 1,6 do 2,2 w odniesieniu do gliceryny o ciężarze właściwym 1,26 i że na minutę przetłaczało następujące ilości wiskozy:

przędzenie <i>a</i>	10,7 cm ³
„ <i>c</i>	5,2 „
„ <i>d</i>	5,7 „

Przykład VI, *a* — *e*. Postępowanie, jak w jednym z przykładów I, *a* do *e*, albo II, *a* do *e*, z tą jednak różnicą, że wiskoza zawierała mniej więcej 6% oznaczalnej analitycznie celulozy i mniej więcej 8% *NaOH*, że lepkość wiskozy wynosiła mniej więcej 9 do 12 w odniesieniu do gliceryny o ciężarze właściwym 1,26 i że na minutę przetłaczano następujące ilości wiskozy:

przędzenie <i>a</i>	7,2 cm ³
„ <i>c</i>	3,5 „
„ <i>d</i>	3,8 „

W poprzedzających przykładach dla osiągnięcia dodatkowego naciągania można stosować również wałeczki różnicowe lub tym podobne środki.

Przykłady wytwarzania wiązek nici wynikają same przez się z poprzedzających przykładów.

Przemyte nici przed suszeniem lub po suszeniu mogą być ogrzewane do wyższych temperatur (np. 100 do 110°C) albo naparzane.

Ewentualne odsiarkowywanie i blichowanie nici odbywa się w znany sposób.

W poprzedzających przykładach można stosować także jakąkolwiek inną znaną w technice wiskozy kąpiel strącającą, np. taką, która nie zawiera kwasu mineralnego albo zawiera mniej niż 50% H_2SO_4 albo równoważną ilość innego kwasu mineralnego.

Wreszcie kąpiel strącająca może zawierać znane w technice jako dodatki do kąpeli strącającej substancje, a mianowicie

jedną lub kilka substancji nieorganicznych (np. jakąkolwiek rozpuszczalną sól lekkiego lub ciężkiego metalu) albo organicznych (np. glukozę, albo glicerynę, albo alkohol, albo proteinę, względnie proteid), jak nierozłożone albo rozłożone substancje z grupy keratyny albo glutyny w formie wyosobnionej, albo pod postacią zawierających je materiałów, jak skóra w ogólności albo skóra chromowa, wełna, chrząstki i tym podobne albo alifatyczne albo aromatyczne sulfoniany, albo kwas jednohalogenowy albo naturalny lub syntetyczny garbnik (np. sól kwasu karbazolosulfonowego albo neradol) albo kwas sulfonowy, aromatyczny albo temu podobne.

Według poprzedzających przykładów udaje się otrzymywać błyszczący jedwab sztuczny, posiadający wytrzymałość na sucho powyżej 2 g na denier (np. wytrzymałość na sucho od 3 do 4 g na denier) i wytrzymałość na mokro powyżej 1 g na denier (np. wytrzymałość na mokro 1,5 do 2 g na denier).

Przykład VII. Roztwór przędzalniczy, wytworzony jak w jednym z poprzedzających przykładów, wpuszczano w znany sposób przez odpowiedni lejek albo szparę do jednej z opisanych w poprzednich przykładach kąpeli, poczem skoagulowana wstęga błony po wyjściu z kąpeli była przemywana i suszona w znany sposób.

Przykład VIII. Tkaninę bawełnianą przesycono lub wypełniono lub powleczone w odpowiedniej maszynie raz lub kilkakrotnie roztworem przędzalniczym, sporządzonym według któregośkolwiek z poprzedzających przykładów, przyczem do roztworu tego może być dodany materiał wypełniający, jak talk albo glinka porcelanowa (np. 100 do 200% w stosunku do wagi celulozy) albo barwnik albo pigment, jak mika, albo sadza albo tym podobne substancje, poczem, nie susząc i ewentualnie w stanie

naprężenia, przeprowadzono przez kąpiel, posiadającą skład jednej z kąpeli strącających, opisanych w poprzednich przykładach.

Na życzenie można jeszcze zwiększyć ciągliwość otrzymanych według niniejszego sposobu sztucznych materiałów, zwłaszcza sztucznych nici, a to przez traktowanie ich środkami, powodującymi kurczenie się, np. według patentów Nr 13227, 17425, 19700 i angielskiego patentu Nr 323732.

Termin „materiały sztuczne” oznacza w opisie i w zastrzeżeniach: sztuczne nici, w szczególności jedwab sztuczny, filmy, powłoki i warstwy wszelkiego rodzaju, apretury tkanin, papier, skórę i tym podobne, klej tkacki, płótno introligatorskie, sztuczną skórę, kleje i lepiszcza, płyty i masy plastyczne w ogólności, środki zagęszczające względnie środki utrwalające dla pigmentów przy drukowaniu tkanin i tym podobne.

Termin „sztuczne nici” oznacza: sztuczne nici i przędziwa wszelkiego rodzaju, np. sztuczny jedwab, włókna pęczkowe, sztuczną bawełnę, sztuczną wełnę, sztuczne włosy i sztuczną słomę wszelkiego rodzaju.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób określania lepkości, jaką winna mieć wiskoza dla otrzymania z niej

sztucznych nici, posiadających wytrzymałość na sucho przynajmniej 2 g na denier, przy zastosowaniu zwykłych znanych w technice wiskozowej kąpeli przedziałniczych lub strącających, znamienny tem, że wzajemny stosunek ilościowy celulozy do alkali żrącego w wiskozie zostaje doprowadzany do takiej wielkości, że lepkość wiskozy, w odniesieniu do gliceryny o ciężarze właściwym 1,26, wynosi zasadniczo nie mniej niż 50%, najlepiej 75 — 100% ilości, zawartej w 100 częściach wagowych wiskozy, dającej się analitycznie określić (strącalnej) celulozy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że lepkość dla wiskoz o zawartości 3% albo więcej celulozy winna wynosić przeważnie nie mniej niż $\frac{c^4 - 6c^2}{4a}$, a naj-

piej nie mniej niż $\frac{c^4 - 6c^2}{3a}$, a dla wiskoz o zawartości mniej niż 3% celulozy lepkość wiskozy winna wynosić przeważnie nie mniej niż $\frac{2c}{a}$, a najlepiej nie mniej niż $\frac{3c}{a}$,

przyczem c oznacza procentową ilość celulozy w wiskozie, zaś a oznacza procentową ilość alkali żrącego (obliczonego jako NaOH) w wiskozie.

Leon Lilienfeld.

Zastępca: Inż. M. Brokman,
rzecznik patentowy.