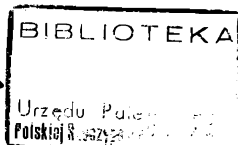


15 lutego 1929 r.

2

URZĄD PATENTOWY



C08b 29/22

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 9752.

Leon Lilienfeld
(Wiedeń, Austria).

Kl. 39 b 14.

39 b 1 29/22

Sposób wytwarzania sztucznych materyj z wiskozy.

Zgłoszono 3 stycznia 1927 r.

Udzielono 12 grudnia 1928 r.

Pierwszeństwo: 5 stycznia 1926 r. (Austria).

Zauważono, że technicznie bardzo wartościowe sztuczne materje wytwarza się, gdy wiskożę w rozpuszczalnej albo w nierozpuszczalnej w wodzie postaci wprowadza się przez odpowiednio ukształtowane otwory do kąpieli ścinającej, której zawartość kwasu mineralnego, np. kwasu siarkowego, odpowiada kwasowi siarkowemu o zawartości od 0 — 50% jednowodzianu i gdy materiał traktuje się płynem, którego zawartość kwasu mineralnego, np. kwasu siarkowego, odpowiada kwasowi siarkowemu o zawartości przynajmniej 50% jednowodzianu. Można to wykonać w ten sposób, że wiskożę przepuszcza się przez odpowiednie otwory w postaci w wodzie rozpuszczalnej lub nierozpuszczalnej i wprowadza do znanej w technice sztucz-

negu jedwabiu i filmowej kąpieli koagulującej, np. roztworu wodnego siarczanu amonowego lub dwusiarczanu sodowego lub rozcieńczonego kwasu siarkowego, np. 10%-go, lub do płynu, zawierającego siarczan amonowy lub kwas siarkowy i po dłużej lub krócej trwającym zabiegu z kąpieli tej przeprowadza się do drugiej kąpieli, składającej się z jednego lub wielu stężonych kwasów mineralnych, np. stężonego kwasu siarkowego lub zawierającej jeden lub kilka stężonych kwasów mineralnych, np. stężony kwas siarkowy.

Zamiast kwasu siarkowego można stosować stężony kwas chlorowcowodorowy, np. kwas solny 35 — 40%-wy lub kwas azotowy o zawartości 60 — 90% HNO_3 lub kwas fosforowy o ciężarze właściwym

1,5—1,86 lub kwas arsenowy o zawartości 60—92% H_3AsO_4 . Kwasy stężone mogą być użyte każdy oddzielnie lub w mieszaninie ze sobą albo z odpowiednią nieorganiczną substancją, np. jedną lub kilkoma obojętnymi lub kwaśnymi solami, jak siarczany, np. siarczan sodowy, dwusiarczan sodowy, siarczan amonowy, siarczan cynkowy (w przypadku stosowania kwasu siarkowego) lub odpowiednich chlorków lub azotanów (gdy używa się kwasu solnego lub azotowego), następnie dwusiarczyny sodowej, siarczyny sodowej, kwas borowy i t. d. Można również do kwasów stężonych lub ich mieszanin albo do mieszaniny jednego lub kilku stężonych kwasów z jednym lub kilkoma ciałami nieorganicznymi dodać jedną lub kilka organicznych substancyj, np. glicerynę lub cukry, jak glukoza lub alkohol lub sól organicznej zasady, jak sól anilinowa lub kwas organiczny, jak kwas octowy lub kwas mrówkowy lub kwas mleczny albo szczawiowy. Gdy dodaje się sól, która ze stężonym kwasem przez powstanie kwaśnej soli zdolna jest do reakcji lub do wymiany z kwasem, wówczas moc kwasu tak się oblicza, że po zużyciu ilości, potrzebnej do wytworzenia kwaśnej soli lub do wymiany, pozostaje jeszcze w nadmiarze kwas o żądanej mocy, jednakże nie poniżej 50% (np. w obliczeniu na kwas siarkowy). Pierwsza kąpiel koagulacyjna może być stosowana przy temperaturze pokojowej lub przy zwykłych w technice sztucznego jedwabiu stosowanych temperaturach, np. 50—60°C. Druga kąpiel składająca się ze stężonego kwasu mineralnego, względnie taki kwas zawierająca, może być stosowana przy temperaturze pokojowej, lub niższej (np. 0—5°C) lub przy temperaturze poniżej 0°C. Długość zanurzonej nici, filmu lub taśmy w stężonym kwasie może dowolnie zmieniać się, np. od 3 — 60 cm, a nawet powyżej 1 — 2 metrów.

Okazało się, że dla zwiększenia wy-

trzymałości otrzymanej według niniejszego sposobu sztucznej materji, szczególnie sztucznych nici, korzystnie jest poddać je dodatkowo rozciąganiu w kąpeli albo poza kąpielą a zbiornikiem albo w obu tych miejscach.

Ponieważ skutek dłuższego przebywania celulozy w stężonym kwasie siarkowym ulega on działaniu tego kwasu i wreszcie—zniszczeniu, należy wpływ kwasu na nią i podobne włókna przerwać przez wymycie lub osłabić działanie to na sztuczną materję, szczególnie na nici, przez traktowanie w niskiej temperaturze, a to szczególnie przed lub podczas osadzania się sztucznego jedwabiu w zbiorniku, np. zanim nie zostanie nawinięta na cewki w wirówce. Ta natychmiastowa przerwa działania kwasu jest mniej ważna, gdy sztuczna materja, szczególnie nieć lub podobne włókna znajdują się w cienkiej warstwie; w tych przypadkach proces mycia może być zbyt szybki. To składanie w cienkich warstwach jest jednak przez fachowców uznane jako niezbyt korzystny sposób pracy.

Wymyta nieć lub wymyta taśma fimowa lub płyta lub pokryty wiskożą albo impregnowany materiał może być przed lub po wysuszeniu poddany działaniu parowania lub ogrzewany.

Wiskoza otrzymana w dowolny sposób nadaje się do powyższego użytku. Szczególnie odpowiedniami są wiskozy, wytworzone z niedojrzałych lub krótko (np. 3—36 godzin) dojrzewających alkalicznych celuloz. Do wytworzenia wiskozy można stosować siarczek węgla w ilościach większych, niż zwykle przy wytwarzaniu celulozy, np. 75% lub więcej w stosunku do wagi celulozy, jako wyjściowego materiału.

Do wiskozy można, na żądanie, dodać jedną lub kilka odpowiednich substancyj, które znane są jako dodatki do celulozy w technice sztucznych materij, np. gliceryna, glukoza, siarczan sodowy, dwusiarczan so-

dowy, siarczyn sodowy, siarczan amonowy, siarczan alkaliczny, glinian alkaliczny, amonjak i t. d.

Przykład I. Wiskoza, otrzymana w dowolny sposób z dojrzałej, mało dojrzałej lub niedojrzałej celulozy sodowej i 40 lub 150% (na wagę wyjściowej celulozy) ilości siarczku węgla w znany sposób poddaje się działaniu kąpieli, składającej się z 25 — 30% roztworu siarczanu amonowego albo kąpieli z zimnego lub do 50° ogrzanego dwusiarczanu sodowego w ilości 500 części wagowych dwusiarczanu sodowego, 76 części wagowych kwasu siarkowego o 66°Bé i 587 części wagowych wody albo kąpieli, składającej się z 990 części wagowych wody, 18 części wagowych siarczanu sodowego, 180 części wagowych siarczanu amonowego, 15 części wagowych siarczanu cynkowego, 135 części wagowych glukozy i 255 części wagowych kwasu siarkowego o 66°Bé i wytworzoną nić przeprowadza się z jednej z tych kąpiei do jednej z poniżej podanych kąpiei, jak: kwas siarkowy o mocy 60°Bé albo kwas siarkowy o mocy 55°Bé albo roztwór 13,3 części wagowych siarczanu amonowego w 120 częściach wagowych kwasu siarkowego o 50 — 55°Bé, do którego dodaje się 9,8 części wagowych kwasu siarkowego o mocy 66°Bé albo roztwór 10 części wagowych syropu glukozy w 190 częściach wagowych kwasu siarkowego o 55 — 60°Bé.

Temperatura drugiej kąpieli utrzymuje się od 0 do 5°C.

Przestrzeń, którą nici zajmują, może wynosić 30 — 100 cm, np. 80 cm. Nici w wiadomy sposób zbiera się na wirówce, myje i suszy. Zbiornik może znajdować się bezpośrednio blisko kąpieli lub w odległości, np. 120 cm.

Nici mogą być w znany sposób poddane dodatkowemu rozciąganiu, np. gdy odległość urządzenia zbiorczego jest bardzo duża od drugiej kąpieli lub gdy nici prze-

prowadza się ponad jedną lub wieloma żerdziami lub hakami, które umieszczone są w drugiej kąpieli lub poza nią lub w obu miejscach.

Wymyte nici mogą być po suszeniu ogrzewane do wysokich temperatur, np. 100 — 110°C, lub poddane działaniu pary.

Odsiarkowanie lub bielenie nici zachodzi w znany sposób.

Otrzymany według niniejszego sposobu sztuczny jedwab przewyższa pod względem wytrzymałości na suszenie i na wilgoć inne sztuczne materje, otrzymywane według dotychczasowych sposobów.

Przykład II. Wykonanie, jak w przykładzie I, jednakże z tą odmianą, że stosuje się w charakterze drugiej kąpieli kwas siarkowy o mocy 40 — 50°Bé.

Przykład III. Wykonanie różni się od wykonania, opisanego w przykładzie I tem, że zamiast dyszy stosuje się lej lub szczelina, jak w technice taśm lub płyt filmowych wiskozowych, a aparatura do mycia lub suszenia taśm filmowych jest urządzona, jak zwykle w technice filmów wiskozowych.

W podanych przykładach zamiast stężonego kwasu siarkowego może być stosowany inny stężony kwas mineralny, np. kwas solny 37 — 41% lub kwas azotowy o zawartości 60 — 90% HNO_3 lub kwas fosforowy o ciężarze właściwym 1,7—1,8.

Wyrażenie „stężony kwas siarkowy”, użyte w opisie i zastrzeżeniach patentowych, oznacza kwas siarkowy o zawartości powyżej 50% H_2SO_4 , to znaczy 50 — 98%, szczególnie o zawartości 50 — 85%.

Wyrażenie „stężony kwas mineralny” w opisie i zastrzeżeniach ma oznaczać: kwas siarkowy, zawierający przynajmniej 50% H_2SO_4 i inne kwasy mineralne o równoważnej mocy, to znaczy kwas solny przynajmniej 35%-owy, kwas azotowy co najmniej 60%, kwas fosforowy, co najmniej 1,5 ciężaru właściwego i kwas arsenowy o zawartości co najmniej 75% H_3AsO_4 .

Wyrażenie „materje sztuczne” oznacza sztuczne nici i przedziwo wszelkiego rodzaju, np. sztuczny jedwab, włókna, sztuczna wełna, bawełna, sztuczne włosy, sztuczna słoma, filmy, taśmy i płyty.

Ilości procentowe, podane w opisie i zastrzeżeniach, oznaczają procenty wagowe.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania sztucznych materij z wiskozy, znamieny tem, że wiskożę przez odpowiednio ukształtowane otwory wprowadza się do ścinającej wiskożę kąpieli, której zawartość kwasu mineralnego, np. siarkowego, odpowiada kwasowi siarkowemu o zawartości od 0 — 50% jednowodzianu, przyczem ścięty materiał traktuje się cieczą, której zawartość kwasu mineralnego, np. siarkowego, odpowiada kwasowi siarkowemu o zawartości przynajmniej 50% jednowodzianu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że stosuje się kwas siarkowy, zawierający przynajmniej 65% jednowodzianu.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tem, że do wytwarzania wiskozy stosuje się niedojrzałą lub krócej, niż zwykle dojrzewającą, np. w ciągu 1 — 36 godzin, celulozę alkaliczną.

4. Wykonanie sposobu według zastrz. 1 — 3, znamienne tem, że działanie stężonych kwasów mineralnych, szczególnie stę-

żonego kwasu siarkowego, zostaje przerwane zanim kwas uszkodzi materję sztuczną, szczególnie sztuczne nici.

5. Wykonanie sposobu według zastrz. 4, znamienne tem, że działanie stężonego kwasu mineralnego, szczególnie stężonego kwasu siarkowego, zostaje przerwane przedtem lub, jak tylko sztuczna materja, szczególnie sztuczne nici, znajdują się w zbiorniku.

6. Wykonanie sposobu według zastrz. 4, 5, znamienne tem, że stężony kwas, stykający się z materją sztuczną, szczególnie ze sztucznymi nićmi, rozcieńcza się przez mycie, jak tylko materja sztuczna, szczególnie sztuczne nici, znajdują się w zbiorniku.

7. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamieny tem, że materje sztuczne, szczególnie sztuczne nici, w kąpiei lub pomiędzy kąpielą i zbiornikiem lub w kąpiei i pomiędzy nią i zbiornikiem poddaje się dodatkowo rozciąganiu.

8. Sposób według zastrz. 1 — 7, znamieny tem, że do wytworzenia wiskozy stosuje się więcej niż 60%, np. 75 — 150% siarczek węgla.

9. Sposób według zastrz. 1 — 8, znamieny tem, że sztuczną materję po wymyciu ogrzewa się lub poddaje działaniu parowania przed lub po wysuszeniu.

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

