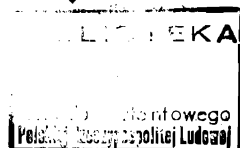


2

Warszawa, 17 lutego 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 24290.

Kl. 29 b, 3/03.

C. F. Boehringer & Söhne G. m. b. H.
(Mannheim-Waldhof, Niemcy).

Sposób otrzymywania jedwabiu sztucznego i podobnych wyrobów z estrów celulozowych.

Zgłoszono 13 lutego 1934 r.

Udzielono 19 grudnia 1936 r.

Pierwszeństwo: 15 lutego 1933 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że przy przedzeniu na mokro roztworów estrów celulozowych otrzymuje się zwiększoną wytrzymałość wytworzonego produktu, jeżeli koagulację przeprowadza się w kąpielach strącających o niskiej temperaturze. Skutek ten występuje już przy obniżeniu temperatury do mniej więcej 0° , a w niższych temperaturach (-10° , -20° , -40° i jeszcze dalej poniżej 0°) uwydatnia się w znacznie większym stopniu.

Sposób niniejszy dotyczy wobec tego otrzymywania sztucznych wytworów, np. nitek, taśm, filmów i podobnych wyrobów, przez wyciskanie roztworów estrów

celulozowych przez nasadki odpowiadające co do kształtu wytwarzanym wyrobom i jest znamieny tym, że proces przeprowadza się mniej więcej w temperaturze 0° lub w jeszcze niższych temperaturach.

Nasadki te są wykonane w postaci dysz, sitek, wąskich szczelin i t. d.

Wykonanie tego sposobu wyjaśniają poniżej opisane przykłady, w których wpływ temperatury na wytrzymałość otrzymanych nitek przedstawiony jest liczbowo.

Przykład I. Włóknisty trójoctan celulozy, w znany sposób wymyty i wysuszony, rozpuszcza się w mieszaninie 95 części

chlorku metylenu i 5 części alkoholu w stężeniu wykazanem w tabeli (wyrażonem w centymetrach sześciennych rozpuszczalnika na 1 g estru celulozy) i przędzie w sposób znany dla przędzenia na mokro

przez dyszę o 36 otworach i 0,08 mm średnicy w eterze przy szybkości odbierania 10 — 20 m na minutę. Wytworzone nitki nawijają się na szpulki lub w wirówce.

Temperatura kąpieli strącającej	Stężenie roztworu przędzalnego	Wskaźnik grubości pojedynczych nitek w jednostkach Denier'a	Ciągliwość w %	Wytrzymałość pojedynczej nitki w gramach na jednostkę według Denier'a
+ 20°	1 : 9	3,0	22	1,34
+ 20°	1 : 9	2,2	22	1,33
+ 20°	1 : 11	2,7	26	1,30
+ 20°	1 : 11	2,0	26	1,31
+ 2°	1 : 9	3,0	17	1,51
+ 2°	1 : 9	2,2	16	1,56
+ 0°	1 : 9	3,5	18	1,60
+ 0°	1 : 9	2,2	15	1,59
— 10°	1 : 9	3,7	16	1,67
— 10°	1 : 9	3,0	14	1,70
— 20°	1 : 11	3,2	16	1,83
— 20°	1 : 11	2,4	15	1,80
— 30°	1 : 13	2,7	15	2,07
— 30°	1 : 13	2,0	14,5	2,06
— 40°	1 : 13	3,5	12,5	2,23
— 40°	1 : 13	1,8	10	2,34

Przykład II. W podobny sposób przędzie się w toluenie za pomocą tego samego urządzenia roztwór trójoctanu celu-

lozy w mieszaninie chlorku metylenu z alkoholem w stosunku 95 : 5.

+ 17°	1 : 16	2,08	20,5	1,10
+ 17°	1 : 16	1,46	20,5	1,09
— 30°	1 : 16	2,06	15,5	1,68
— 30°	1 : 16	1,45	14	1,68
— 40°	1 : 16	2,08	15	1,84
— 40°	1 : 16	1,44	14	1,82
— 50°	1 : 16	1,97	9,5	2,03

Przykład III. Roztwór trójoctanu celulozy (zhydrolizowanego aż do zawartości 59,7% kwasu octowego) w mieszaninie

chlorku metylenu z alkoholem w stosunku 95 : 5 przędzie się w eterze w sposób wyżej opisany.

Temperatura kąpeli strącającej	Stężenie roztworu przedziałnego	Wskaźnik grubości pojedynczych nitki w jednostkach Denier'a	Ciągliwość w %	Wytrzymałość pojedynczej nitki w gramach na jednostkę według Denier'a
+ 14°	1 : 11	3,36	27	1,27
+ 14°	1 : 11	1,87	26	1,36
— 20°	1 : 11	3,2	17,5	1,50
— 20°	1 : 11	2,6	17,0	1,59
— 40°	1 : 11	3,0	13	1,84
— 40°	1 : 11	2,45	13	1,92

Przykład IV. Tak samo przedzie się w mieszaninie chlorku metylenu i alkoholu w eterze dwuocian celulozy rozpuszczony w stosunku 95 : 5.

+ 16°	1 : 11	4,34	26,5	0,80
+ 16°	1 : 11	3,22	21,5	0,84
— 20°	1 : 11	3,41	23	1,25

Przykład V. Maślan acetocelulozowy o zawartości 8% kwasu masłowego rozpuszczony w mieszaninie chlorku metylenu i alkoholu w stosunku 95 : 5 przedzie się w eterze w powyżej opisanym sposobie.

+ 18°	1 : 11	2,88	26,5	1,13
— 40°	1 : 11	2,87	17	1,64
— 50°	1 : 11	3,09	15	1,79

Zamiast podanego w przykładach estru celulozy mogą być przerabiane według tego sposobu oczywiście także inne proste estry celulozy, jak na przykład mrówczany, propioniany lub maślane, i mieszane estry celulozy, jak octowo-mrówkowe, octowo-propionowe lub octowo-maślowe, oraz produkty przemiany estrów pierwotnych otrzymanych przez mniej lub więcej postępującą hydrolizę, z zastosowaniem odpowiednich rozpuszczalników i przy odpowiednim stężeniu. Jako środki rozpuszczające względnie mieszaniny tych środków mogą być zastosowane z korzyścią

takie środki, które przy przedzieleniu w zwykłej temperaturze zupełnie zawodzą lub dają tylko bardzo poślednie nitki. Takimi środkami rozpuszczającymi i ich mieszaninami, np. mieszaniną 95 części chlorku etylenu i 5 części alkoholu etylowego lub 23 części acetonu i 10 części dwuoksanu, można otrzymać z mieszaniny estrów celulozy dobre i mocne nitki, lecz przy zastosowaniu kąpeli strącającej ochłodzonej do temperatury np. —20°. Tak samo jako środki strącające zamiast eteru i toluenu można stosować też i inne materiały strącające, jak benzynę, naftę, cykloheksan i

podobne materiały. Wreszcie można w niektórych przypadkach praść zamiast roztworów oddzielnych estrów celulozy także roztwory bezpośrednie, które otrzymuje się przy wytwarzaniu estrów celulozy, jak to jest znane przy procesach przedzenia w wyższych temperaturach.

Przy zastosowaniu opisanego sposobu można stosować o wiele dłużej kąpiele strącające bez regeneracji, niż to jest zwykle możliwe przy przedzeniu na mokro, ponieważ strącające działanie kąpeli w stosunku do estrów celulozy zawsze jeszcze zachodzi w tak niskich temperaturach, nawet przy znacznym rozcieńczeniu środkami rozpuszczającymi. Przy użyciu łatwo lotnych cieczy, jako kąpeli strącających, stratom, występującym zwykle, przeciwdziałają z korzyścią niskie temperatury.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania jedwabiu sztucznego i podobnych wyrobów z estrów celulozowych przez wyciskanie roztworów estru celulozy przez nasadki, odpowiadające co do kształtu wytwarzanym wyrobom, i strącanie w kąpielach strącających, znamieny tym, że kąpiele strącające oziębia się do 0° lub poniżej 0°.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosuje się roztwory estrów celulozy, które to estry podczas acetylowania przy ich otrzymywaniu nie rozpuściły się lub zostały strącone i wydzielone z mieszaniny przy końcu estryfikowania.

C. F. Boehringer & Söhne
G. m. b. H.

Zastępca: Inż. Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.

