

Wydano 24 listopada 1943

DO1f 3/12

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 32196

Kl. 29 b, 3/02

Firma Hermann Schubert, Zittau

Sposób wytwarzania nici, błon i podobnych wyrobów przez strącanie roztworów wiskozy

Zgłoszono 8 sierpnia 1941

Udzielono 8 września 1943

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wytwarzania nici i błon z celulozy regenerowanej, zwłaszcza z wiskozy, które posiadają szczególnie korzystne właściwości, np. wrażenie w dotyku, podobne do właściwości wełny, i dobry wygląd bez zbytniego połysku. W niciach sztucznych uważa się za wadę zarówno zbyt wielki połysk, jak i gładkość włókien, tak iż włókna poddaje się kędzierzawieniu przez obróbkę mechaniczną.

Wskutek takiej obróbki nie zwiększa się jednak wydajność nici, a w pewnych okolicznościach nawet się zmniejsza. Również utrwalanie mechaniczne spowodowanego kędzierzawienia przez wcielenie żywicy sztucznych lub składników, tworzą-

cych żywicę sztuczną, i następującą po kędzierzawieniu obróbkę cieplną w celu utworzenia lub utwardzenia żywicy sztucznych nie prowadzi do celu, gdyż przy takim sposobie do celulozy z konieczności zostają wcielenie substancje, które całkowicie różnią się swą elastycznością od celulozy.

Według wynalazku nici lub błony z celulozy regenerowanej wytwarza się przy użyciu rozpuszczalnych w roztworach zasadowych pochodnych ligniny, nie podstawionych grupami obcymi, jak np. SO_3H , przede wszystkim produktów przekształcenia ligniny, jakie zostają uzyskane z mała lub wcale nieprzemienionej ligniny, np. z ligniny, jaką się otrzymuje przy hy-

drolizie drzewa, np. po scukrzaniu drzewa przez obrabianie rozpuszczalnikami, zwłaszcza zasadami, i po oddzielaniu substancji nierozpuszczalnych, przy czym powstające roztwory mogą być stosowane bezpośrednio lub też można stosować substancje wydzielone z tych roztworów. Jako rozpuszczalniki mogą być stosowane również fenol, dwuoksan, alkohol itd.

Do przeprowadzania sposobu według wynalazku w szczególności nadaje się lignina zasadowa, jaką można otrzymywać przez ostrożną obróbkę ligniny wytworzonej przez hydrolizę drzewa roztworem zasady i którą należy oddzielić od substancji nierozpuszczalnych. Ten zasadowy roztwór można stosować jako taki w stężonej postaci lub również zawarte w nim substancje.

Dodawanie takich pochodnych ligniny może być dokonywane przed wytwarzaniem alkalicelulozy lub podczas niego i (lub) przed przekształcaniem tej alkalicelulozy w ksantogonian celulozy lub podczas tego zabiegu oraz (lub) przed rozpuszczaniem ksantogeanianu celulozy w wodorotlenku sodu lub podczas niego, jak również przed następującym potem dojrzewaniem lub podczas niego.

Według Sakurada i Okamura, przy wytwarzaniu alkalicelulozy muszą być zachowane pewne stosunki molowe między zasadą i celulozą, aby otrzymać alkalicelulozę nadającą się do siarczkowania.

Stwierdzono, że w znacznym stopniu lub całkowicie można uniknąć nadmiernej przemiany celulozy, niekorzystnie oddziałującej na jakość alkalicelulozy, jeśli wytwarzanie alkalicelulozy będzie się przeprowadzało w obecności produktów przekształcenia ligniny rozpuszczalnych w wodorotlenku potasowym, które nie zawierają obcych grup, np. grup SO_3H — zwłaszcza substancji ligninowych, nieodszczępionych lub odszczępionych tylko w nieznacznym stopniu wskutek ostroż-

nej obróbki, np. ligniny otrzymywanej przy hydrolizie drzewa (scukrzaniu) rozpuszczalnikami, najlepiej roztworami zasad.

Według wynalazku w celu wytworzenia alkalicelulozy poddaje się celulozę w postaci płytek lub w postaci rozwłóknionej obróbce roztworem wodorotlenku sodu o zwykłym stężeniu, zawierającym produkt przekształcenia ligniny o dużym ciężarze cząsteczkowym, np. ligniny otrzymywanej przez hydrolizę drzewa i obróbjonej zasadami. Ilość rozpuszczalnych produktów przekształcenia ligniny nie powinna przekraczać 20% ilości stosowanej celulozy.

Przy wytwarzaniu alkalicelulozy można zastosować wyższą temperaturę roztworu wodorotlenku potasowcowego oraz skrócić czas dojrzewania alkalicelulozy lub nie poddawać alkalicelulozy dojrzewaniu. Nawet bez wstępnego dojrzewania otrzymuje się wiskozę dającą się prażyć.

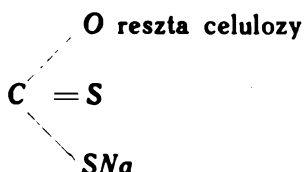
Obecność ciał ligninowych nie przeszkadza następującemu potem siarczkowaniu. Przy przedzeniu nie działa ona bynajmniej szkodliwie, lecz przeciwnie wywiera wpływ polepszający jakość nici. Sposób według wynalazku można np. przeprowadzać tak, że po obróbce zasadą w obecności pochodnych ligniny, zwłaszcza ligniny zasadowej, wyżyma się alkalicelulozę w zwykły sposób i bądź przeprowadza się wstępne dojrzewanie, bądź — o ile jak zwykle pracowano w ługach do zanurzania o wyższych temperaturach — natychmiast siarczkuje się w zwykły sposób bez dojrzewania wstępnego lub po skróconym dojrzewaniu wstępnym.

Korzystne działanie ciał ligninowych należy między innymi przypisać temu, że substancje te posiadają stosunkowo dużą zdolność wiązania tlenu oraz ustalają alkalicelulozę lub tłumią tworzenie się alkalicelulozy. Sposób według wynalazku może być również przeprowadzany przez

dodawanie pochodnych ligniny podczas tworzenia się alkaliceleulozy lub po jej utworzeniu się. Podczas tworzenia się i (lub) po utworzeniu się alkaliceleulozy mogą być również dodatkowo wprowadzane pochodne ligniny.

Przy przeprowadzaniu sposobu według wynalazku nie jest korzystne jednoczesne stosowanie środków utleniających jako przyspieszaczy reakcji, gdyż środki te powodują przemianę celulozy oraz atakują ciała ligninowe podobnie, jak to było stwierdzone przez Dörra w odniesieniu do hemiceluloz.

Tak więc ksantogenianowi celulozy przypisuje się następujący wzór:



w którym reszta ksantogenianowa jest przyłączona do wodorotlenowej grupy celulozy. Należy przypuszczać, że zachodzi to w taki sam sposób przy grupach wodorotlenowych ligniny, a więc że powstaje ksantogenian ligninowocelulozowy.

Ksantogenian rozpuszcza się w zwykły sposób w roztworze wodorotlenku sodu, np. 4%-owym. Przed rozpuszczaniem, podczas tego zabiegu lub po nim korzystnie jest dodawać substancji ligninowych, np. w ilości 1%. Unika się dzięki temu hydrolizy i pogorszenia się jakości wiskozy.

Jeżeli tworzenie się ksantogenianu osiągnęło prawidłowy stan, co określa się mierząc lepkość przy pomocy lepkościomierza kulkowego, wówczas roztwór ten poddaje się dojrzewaniu, przy którym odbywa się odszczepianie reszt sulfotio-karbonowych, znajdujących się w cząsteczce ligniny celulozowej. Po zakończeniu dojrzewania, sprawdzanego zwykłymi metodami, filtruje się wiskożę, odpow-

wietrza i następnie przedzie w zwykły sposób.

Za pomocą cieczy strącających z roztworu ksantogenianowego strąca się olej, który rozkłada się na wodzian celulozy. Przy postępowaniu według wynalazku strąca się jednocześnie ligninę. W nierozpuszczalnej odmianie lignina jest zawarta w produkcie strącania odpowiednio do jej stanu rozdzielenia jako równomierna i do pewnego stopnia tworząca szkielet części, co prowadzi do wytwarzania się stabilizujących elementów poprzecznych. W każdym razie włókna i błony, wytworzone sposobem według wynalazku, posiadają lepsze właściwości.

Uzyskuje się znaczne korzyści również, gdy do roztworu wiskozy doda się pochodnych ligniny, np. ligniny zasadowej przed dojrzewaniem, podczas niego lub po dojrzewaniu, gdyż nici wyprzędzone z takich roztworów wykazują trwałą kędzierzawość, są matowe, podobne do wełny i są przyjemne w dotyku.

Ilość dodawanej ligniny zasadowej może być zmieniana, przy czym ilość najodpowiedniejsza może być określona w każdym przypadku za pomocą prostych prób. Dobrze jest dodawać najpierw produktów przekształcenia ligniny do celulozy przed wytwarzaniem alkaliceleulozy lub podczas niego, a następnie do wiskozy przed jej dojrzewaniem lub po nim.

Przykład. 100 części pozbawionej wody ligniny, otrzymanej przy hydrolizie drzewa kwasem siarkowym, poddaje się w ciągu krótkiego czasu pęcznieniu wstępnemu za pomocą 800 części 20%-owego roztworu wodorotlenku sodu, następnie gotuje się w ciągu 2 godzin. Z dna odfiltruje się zabarwiony na ciemnobrązowy kolor wyciąg zasadowy i otrzymany przesącz w ilości 10% substancji suchej o zawartości celulozy dodaje się do wiskozy.

Przędzenie odbywa się w zwykły sposób. Otrzymuje się produkt włóknisty o matowym wyglądzie, silnym skędzierzawieniu, podobnym do skędzierzawienia wełny, i wełnistym dotyku.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania nici, błon i podobnych wyrobów przez strącanie roztworów wiskozy, znamieny tym, że w czasie wytwarzania wiskozy lub po jej wytworzeniu dodaje się do niej rozpuszczalnych pochodnych ligniny niezawierających grup podstawionych.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że stosuje się takie pochodne ligniny, jakie np. otrzymuje się przez obróbkę roztworem wodorotlenku potasowcowego i oddzielanie nierozpuszczalnych składników z nieznacznie lub wcale nie przekształconej ligniny, np. z ligniny odpadkowej, otrzymywanej przy hydrolizie drzewa kwasem.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tym, że pochodnych ligniny dodaje się do celulozy przed wytwarzaniem

alkalicelulozy lub podczas niego.

4. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tym, że pochodnych ligniny dodaje się przed wytwarzaniem roztworu ksantogenu lub podczas niego.

5. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tym, że pochodnych ligniny dodaje się przed rozpuszczaniem lub podczas rozpuszczania ksantogenu w roztworze wodorotlenku potasowcowego.

6. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tym, że pochodnych ligniny dodaje się przed dojrzewaniem roztworu wiskozy, podczas jego dojrzewania lub po nim.

7. Sposób według zastrz. 1—6, znamieny tym, że przy wytwarzaniu alkalicelulozy stosuje się wyższą niż zwykle temperaturę, a obróbkę wstępnego dojrzewania skraca się lub nie przeprowadza się jej wcale.

Hermann Schubert
Zastępca: inż. J. Wyganowski
rzecznik patentowy