

URZĄD PATENTOWY
w WARSZAWIE
OPIS PATENTOWY

Doğel 31

Nr 29995

Kl. 8 i, 1

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt
vormals Roessler, Frankfurt n. M.

Sposób bielenia sztucznych włókien przemysłowych i wyrobów z nich

Zgłoszono 5 sierpnia 1938

Udzielono 11 sierpnia 1941

Pierwszeństwo: 6 sierpnia 1937 (Niemcy)

Wynalazek dotyczy bielenia, zwłaszcza bielenia sposobem ciągłym, sztucznych włókien otrzymanych z celulozy, jak wełny celulozowej, sztucznego jedwabiu itd., i wyrobów z nich za pomocą nadtlenu wodoru albo związków nadtlenowych, jak nadwęglanu potasowcowego, nadboranu potasowcowego itd.

Stwierdzono, że można bielić włókna sztuczne, zwłaszcza powstałe z roztworów regenerowanej celulozy, w kąpielach zawierających czynny tlen, a otrzymanych przede wszystkim z roztworu nadtlenu wodoru, w ten sposób, że materiał włóknisty, napejony roztworem do bielenia, poddaje się działaniu ciepła w podwyższonych tempera-

turach i suszy go, przy czym trzeba dbać o to, żeby materiał podlegający bieleniu posiadał w początkowym okresie oddziaływania środka bielącego w cieple reakcję zasadową.

Do przeprowadzania tego sposobu stosuje się zasadową ciecz bielącą względnie taką, jaka pod działaniem ciepła staje się zasadową.

Według wynalazku niniejszego postępuje się np. w ten sposób, że traktuje się materiał włóknisty cieczą bielącą, zwłaszcza roztworem nadtlenu wodoru, następnie po uwolnieniu go od nadmiaru cieczy bielącej przez zastosowanie wyżymania, czy też odwirowania itd. traktuje się parą wodną

i suszy uważając, żeby materiał podlegający bieleniu posiadał w początkowym okresie oddziaływania nadtlenu wodoru w cieple reakcję zasadową, to jest, aby posiadał, celowo wartość p_H między 7,5 a 10, a przy traktowaniu parą przybierał wartość p_H nie przewyższającą 8, np. mieszczącą się między 6 a 7,6, a zwłaszcza między 6,5 a 7,5.

Ilość zasady zapotrzebowana przez materiał bielący zależy od rodzaju tego materiału oraz od rodzaju i ilości zawartych w materiale włóknistym zanieczyszczeń, zużytkowujących zasadę. Ilości zasady, potrzebne do wybielenia pewnego określonego materiału przy zużyciu pewnej ilości nadtlenu wodoru, można każdorazowo łatwo określić przez badanie wstępne, ażeby zapewnić materiałowi podlegającemu bieleniu przy traktowaniu w cieple pożądaną wartość p_H .

Ponieważ przy zastosowaniu silnych zasad, np. wodorotlenku sodu, miarodajne i dokładne dozowanie, niezbędne do osiągnięcia pożądanego skutku, sprawia pewne trudności, zwłaszcza przy ciągłej pracy, a już małe nadmiary silnej zasady nadają materiałowi zbyt dużą wartość p_H i przez to ujemnie wpływają na wynik bielenia, więc stosuje się najkorzystniej łagodne zasady albo sole, które odszczepiają hydrolytycznie zasady, to znaczy sole silnych zasad i słabych kwasów, jak pirosiarczan potasowcowy, dwufosforan sodowy, boraks, sukcynian potasowcowy, malonian potasowcowy i podobne. Jako szczególnie korzystne okazały się sole potasowcowe kwasów tłuszczowych, czyli mydła, gdyż dozowanie ich wskutek nieznacznej ogólnej wartości zasady nie musi być tak dokładne, a obecność mydła wpływa poza tym korzystnie na materiał włóknisty, np. nadaje materiałowi miękkość chwytu. Również przez zastosowanie takich mieszanin wyrównawczych (buforowych), jak np. mieszaniny NaOH i jednofosforanu potasowe-

go, sody i dwuwęglanu sodu, lub podobnych można materiałowi podlegającemu bieleniu (korzystnie) nadać pożądaną wartość p_H .

Według jednej odmiany wykonania sposobu według wynalazku niniejszego do napawania materiałów włóknistych zamiast zasadowych roztworów do bielenia stosuje się roztwory obojętne albo słabokwaśne (o p_H poniżej 7,0). Przy tym dodaje się do roztworu bielącego, np. roztworu nadtlenu wodoru, soli, które posiadają, jak np. szczawian sodu albo potasu, właściwość powiększania wartości p_H roztworu bielącego przy ogrzewaniu go ponad 7,0.

Roztwór, który zawiera np. w litrze 5 cm^3 H_2O_2 (40%) i 5 g szczawianu sodu, wykazuje np. w temperaturze 20°C wartość $p_H = 6,6$. Ten sam roztwór wykazuje w temperaturze 100°C wskutek hydrolizy wartość $p_H = 9$. Możliwość zastosowania do napawania obojętnych lub słabokwaśnych roztworów bielących daje tę korzyść, że roztwór bielący nie ulega znacznieszym stratom H_2O_2 nawet przy dłuższym staniu.

Roztwór bielący może np. zawierać w litrze około 3 — 15 cm^3 H_2O_2 (40% objętościowych). Zużycie nadtlenu wodoru na 100 g roztworu bielącego może wynosić np. około 0,3 — 1,5 cm^3 .

Ilości środków bielących i ilości ogólnej zasady, działające na materiał podlegający bieleniu, mogą być ustalone tak, żeby materiał ten nie zawierał, po traktowaniu go ciepłem, żadnego nadtlenu. Przez regulowanie temperatury pracy i wartości p_H materiału podczas traktowania go ciepłem ma się możliwość doprowadzania czynnego tlenu do działania szybciej lub wolniej i przeprowadzania sposobu tak, żeby gotowy produkt nie zawierał już więcej nadtlenu wodoru. Korzystnie przeprowadza się traktowanie parą materiału, podlegającego bieleniu, w temperaturze mniej więcej 100°C.

Okazało się, że przy przeprowadzaniu

sposobu według wynalazku, zwłaszcza gdy się postępuje tak, ażeby materiał podlegający bieleniu był, po ukończonym traktowaniu go w cieple, wolny od nadtlenu wodoru, można zrezygnować z dodatkowego traktowania materiału przez mycie i suszenie.

Poza tym okazało się, że można zrezygnować z traktowania materiału, podlegającego bieleniu, parą wodną i traktowanie to zastąpić suszeniem. Również i przy tym odbywają się wyżej wymienione procesy i przy dotrzymaniu poprzednio podanych warunków otrzymuje się materiał wybielony bez zarzutu. Przy tym sposobie postępowania okazało się korzystnym suszenie napojonego cieczą bielącą materiału podlegającego bieleniu najpierw w temperaturach wyższych, a następnie w temperaturach niższych.

Przy wykonywaniu sposobu według wynalazku niniejszego można postępować np. tak, że materiał włóknisty traktuje się sposobem ciągłym w kąpeli z nadtlenu wodoru, uwalnia go od nadmiaru cieczy przez wyżzymanie lub odwirowanie, potem traktuje go parą wodną w ciągu około 10 — 30 minut, najlepiej w temperaturze około 100°C, a następnie suszy go w temperaturze między 50 — 90°C, albo też poddaje się materiał uwolniony od nadmiaru cieczy, po zrezygnowaniu z traktowania go parą wodną, suszeniu, a mianowicie najkorzystniej w ten sposób, że proces przeprowadza się najpierw w temperaturze około 90 — 100°C, a potem w około 40 — 70°C.

Zamiast napawania materiału włóknistego roztworem nadtlenu wodoru można spryskiwać materiał tym roztworem, co może być dokonywane w sposób najprostsz, np. tak, że przeprowadza się materiał na biegnącej taśmie obok urządzenia natryskowego lub rozpylacza.

Warunki pracy należy przy tym stosownie do wynalazku niniejszego dobrać ta-

kie, żeby materiał podlegający bieleniu przybrał w pierwszym okresie działania nań ciepłem odczyn zasadowy (o wartości p_H mniej więcej między 7,5 a 10), a podczas dalszego działania nań ciepłem przybrał odczyn mniej więcej obojętny względnie słabo zasadowy albo słabo kwaśny (o wartości p_H mniej więcej między 6 a 7,6). Od przestrzegania tych warunków zależny jest wynik bielenia. Wartość p_H podlegającego bieleniu materiału po traktowaniu go parą względnie na sucho jest zupełnie pewnym kryterium dla osiągnięcia dodatniego lub ujemnego wyniku bielenia. Jeżeli do materiału podlegającego bieleniu dobierze się taką ilość materiałów zasadowych, żeby pozostawał on silnie zasadowym podczas traktowania go ciepłem, to osiąga się przez to zły wynik bielenia i występuje ewentualne zażółcenie materiału.

Określanie wartości p_H materiału przeprowadza się następująco.

50 g suchego (na powietrzu) materiału zwilża się 70 cm³ wody destylowanej i wyciąga z niego 20 cm³ cieczy. Przy stosowaniu materiału parowanego dodaje się doń tyle wody destylowanej, żeby 50 g wełny celulozowej zawierało 70 cm³ cieczy. Wyciśniętej cieczy (20 cm³) używa się do określenia wartości p_H . Ten sposób doświadczalny zastosowano również w poniżej podanych przykładach. W celu osiągnięcia szczególnych efektów, jak zmiękczenia lub ożywienia materiału, mogą być dodawane do roztworów nadtlenu wodoru ponadto środki specjalne, jak emulsje olejiny, oleje tureckie i sulfoniany alkoholi tłuszczowych.

Sposób niniejszy może być przeprowadzany w całości w postępowaniu ciągłym, np. tak, że napawanie, wyżzymanie, suszenie albo traktowanie parą i suszenie skutecznia się na biegnącej taśmie. Sposób niniejszy może być przeprowadzany również jako częściowe traktowanie w zakresie połączonego bielenia chlorem i nadtlakiem.

Wynalazek niniejszy pozwala na biele nie włókien sztucznych, zwłaszcza powsta-
łych z celulozy regenerowanej i produk-
tów z niej powstałych przez dalszą przerób-
kę, w sposób najprostszy, najszybszy i naj-
tańszy przy osiągnięciu jednocześnie wyni-
ków bez zarzutu. Również włókna miesza-
ne, tkaniny mieszane lub podobne mogą
być korzystnie traktowane według wynal-
azku niniejszego.

Przykład I. 100 g wełny celulozowej
zanurza się na 5 minut do roztworu, za-
wierającego w litrze:

4 cm³ H₂O₂ (40% objętościowych),
0,3 g dwufosforanu sodowego (w celu
zobojętnienia roztworu H₂O₂) i
3 g mydła marsylskiego.

Wełnę celulozową po zanurzeniu, wyjęciu i
odwirowaniu traktuje się parą w ciągu 20

minut w temperaturze 100°C, a potem su-
szy w temperaturze około 70°C.

Wartość p_H roztworu do zanurzania
wynosi 9,1

„ p_H materiału po traktowaniu
parą wynosi 7,0.

Przykład II. 100 g wełny celulozowej
zanurza się na 5 minut do roztworu zawie-
rającego w litrze:

5 cm³ H₂O₂ (40% objętościowych),
0,3 g dwufosforanu sodowego (w celu
zobojętnienia roztworu H₂O₂) i
5 g boraksu.

Dalsze postępowanie jest takie, jak w
przykładzie I.

Przykład III. 100 g wełny celulozowej
zanurza się na 5 minut do roztworu, który
zawiera w litrze:

5 cm ³ H ₂ O ₂ (40% objętościowych),	} buforowa mieszanina
2 g wodorotlenku sodowego	
6,6 g KH ₂ PO ₄ .	
	} wyrównawcza

Dalsza przeróbka następuje jak w przykła-
dzie I.

Wartość p_H roztworu bielącego wyno-
si 7,7;

„ p_H materiału po traktowaniu
parą wynosi 6,6.

Przykład IV. 100 g wełny celulozowej
zanurza się na 5 minut do roztworu zawie-
rającego w litrze:

3 cm³ H₂O₂ (40% objętościowych) i
4 g szczawianu sodu.

Dalsza przeróbka następuje jak w przy-
kładzie I.

Wartość p_H roztworu do zanurzania,
zimnego, wynosi 6,6 (goto-
wanego około 9);

„ p_H materiału po wysuszeniu
wynosi 7,0.

Zaznacza się, że przy suszeniu materiału
po traktowaniu parą, praktycznie biorąc,
zmiana wartości p_H nie zachodzi.

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e .

1. Sposób bielenia włókien przemysł-
owych, zwłaszcza powstałych z regenerowa-
nej celulozy i z produktów jej dalszej prze-
róbki, jak wełny celulozowej, jedwabiu
sztucznego i podobnych, znamieny tym, że
materiał włóknisty poddaje się działaniu
roztworu o pewnej zawartości związków
zawierających czynny tlen, najlepiej roz-
tworu nadtlenu wodoru, napawa ten ma-
teriał i poddaje go potem działaniu ciepła,
zwłaszcza przez działanie pary wodnej, i
suszy, przy czym dba się o to, żeby mate-
riał podlegający bieleniu posiadał odczyn
zasadowy w początkowym okresie oddzia-
ływania środka bielącego w ciepło.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że napojony materiał podlegający bieleniu traktuje się (najlepiej) w temperaturze około 100°C, a następnie suszy w temperaturze np. 50 — 90°C, przy czym dba się o to, żeby materiał ten posiadał w początkowym okresie działania ciepła odczyn zasadowy, celowo o wartości p_H mieszczącej się między 7,5 a 10, a podczas traktowania parą przybrał wartość p_H nie przekraczającą 8,0, np. mieszczącą się między 6 a 7,6.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że materiał napojony cieczą bielącą ogrzewa się bez uprzedniego traktowania parą w wyższych temperaturach, np. w około 90 do 100°C, a następnie suszy się go w niższych temperaturach, np. w około 40 — 70°C, przy czym dba się o to, żeby materiał podlegający bieleniu posiadał w początkowym okresie działania ciepła odczyn celowo zasadowy o wartości p_H mieszczącej się między 7,5 a 10, a przy suszeniu przybrał wartość p_H nie przekraczającą 8,0, najlepiej mieszczącą się między 6 a 7,6.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że stosuje się roztwór bielący, zawierający przede wszystkim, jako działające zasadowo środki, sole silnych zasad i słabych kwasów, jak pirofosforan potasowcowy, dwufosforan sodowy, boraks, sukcynian potasowcowy, malonian potasowcowy, a najlepiej mydło.

5. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tym, że stosuje się roztwór bielący,

do którego dodano w celu ustanowienia odczynu zasadowego mieszaniny wyrównawczej (buforowej).

6. Odmiana sposobu według zastrz. 1 — 3, znamienna tym, że stosuje się roztwory bielące o wartości p_H poniżej 7, zawierające dodatki związków, które — jak np. szczawian potasowcowy — zdolne są powiększyć wartość p_H roztworu, przy działaniu ciepła na materiał podlegający bieleniu, do wartości powyżej 7.

7. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamieny tym, że stosuje się roztwory nadtlenu wodoru, które zawierają środki zmiękczające włókna, ożywiające i podobne, jak np. olej turecki, oleinę itd.

8. Sposób według zastrz. 1 — 7, znamieny tym, że ilość środka bielącego, doprowadzonego do materiału podlegającego bieleniu, oraz ilość całkowitą zasad dobiera się tak, aby podlegający bieleniu materiał po działaniu nań ciepła był praktycznie biorąc wolny od nadtlenu wodoru lub podobnego środka.

9. Sposób według zastrz. 1 — 8, znamieny tym, że stosuje się go bez mycia bielonego materiału suchego.

10. Sposób według zastrz. 1 — 9, znamieny tym, że przeprowadza się go w postępowaniu ciągłym.

Deutsche Gold- und Silber-
Scheidanstalt
vormals Roessler
Zastępca: inż. J. Wyganowski
rzecznik patentowy