

26 września 1932 r.

Do1f 3/28

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 16398.

Kl. 29 b 3.

Leon Lilienfeld
(Wiedeń, Austria).

Sposób wytwarzania sztucznych nici z wiskozy.

Zgłoszono 18 czerwca 1926 r.

Udzielono 19 maja 1932 r.

Pierwszeństwo: 20 czerwca 1925 r. dla zastrz. 7; 5 stycznia 1926 r. dla zastrz. 1 — 6 (Austria).

Niniejszy wynalazek oparty jest na spostrzeżeniu, że przy wyrobie nici sztucznych z wiskozy, np. jedwabiu sztucznego, można otrzymać nici o dużej wytrzymałości w suchym i mokrym stanie, jeżeli na powstającą nić oddziaływać jednym albo kilkoma środkami, które na wiskozę wywierają następujące działania:

- 1) strącające działanie na świeżo wytworzoną ale jeszcze nieskoagulowaną nić,
- 2) rozpuszczające działanie albo działanie, powodujące pęcznienie albo uplastyczniające działanie na skoagulowaną nić.

Mikroskopowe badania wykazują, że połączenie obu tych działań powoduje

znaczną wytrzymałość w suchym stanie, gdyż koagulacja w połączeniu z uplastycznianiem nici albo z wypełnianiem przestrzeni pośrednich przez spęczniałe albo rozpuszczone części nici albo oba te działania razem nadają nici znacznie większą wytrzymałość, jak strącanie samo przez się. Do tego jeszcze dochodzi, że uplastycznianie, mające miejsce jednocześnie ze strącaniem albo po strącaniu, nadaje strącanej nici własności rozciągania się podczas przedzenia do takiego stopnia, jakiego nie można osiągnąć przy użyciu środka, wywierającego tylko strącające działanie, a który nie wywiera wcale albo wywiera w małym stopniu działanie uplastyczniające.

Silne kwasy mineralne okazały się specjalnie odpowiednie, jako środki strącające i uplastyczniające.

Przy wytwarzaniu sztucznych nici dotychczas nie używano kwasu siarkowego, jako środka strącającego, gdyż przy użyciu takiego kwasu było zupełnie niemożliwe wytwarzanie błyszczącej nici.

W przeciwieństwie do powyższego, niniejszy wynalazek opiera się na stwierdzeniu, że przy użyciu kąpieli przedzalniczych, zawierających nie mniej niż 55%, korzystnie zaś 65 — 85% H_2SO_4 , powstają sztuczne nici, posiadające nietylko dobry połysk, ale, co jest najważniejsze, pod względem wytrzymałości przewyższające wszystkie dotychczas znane nici sztuczne, a w pewnych wypadkach zbliżające się do nici naturalnych, jak bawełniane, wełniane albo z prawdziwego jedwabiu, w niektórych zaś wypadkach dorównyujące własnościami tych naturalnych nici, a w niektórych zaś wypadkach — nawet je przewyższające. Np. otrzymanie według niniejszego sposobu nici ze sztucznego jedwabiu, wykazujących wytrzymałość w stanie suchym powyżej 2 g na 1 denier, a nawet jeszcze więcej, np. 3,5 — 4 g na 1 denier, a w niektórych wypadkach nawet więcej niż 4 albo 5—6 g na 1 denier i więcej — nie przedstawia żadnych trudności.

Dalszą zaletą wytwarzania według niniejszego wynalazku sztucznych nici ze sztucznego jedwabiu wiskozowego jest ich duża odporność na działanie wodnych rozтворów alkaliów i sody.

Jeżeli się weźmie pod uwagę, że w niniejszym sposobie kwas siarkowy 90%-owy i nawet 95%-owy daje jeszcze dobre wyniki, to spostrzeżenie, na którym oparty jest niniejszy wynalazek, jest wprost niespodziewane ze względu na znany ogólnie fakt, że mocny kwas siarkowy, np. 60%-owy albo mocniejszy, wywiera silne działanie rozkładające na błonnik; należałoby oczekiwać działania wprost przeciwnego do

tego, jakie w rzeczywistości występuje, to jest, że mocny kwas siarkowy rozłoży skoagulowaną nić podczas albo po strąceniu, i że nić przeto będzie słaba, łamliwa i mało odporna na działanie wody. Innemi słowy, należało oczekiwać, że mocny kwas siarkowy da nić słabszą od nici wiskozowej, otrzymywanej w jakikolwiek inny dotychczas znany sposób. Tembardziej zadziwiający jest fakt, że przy mocnym kwasie siarkowym otrzymuje się włókna wiskozowe, znacznie silniejsze od jakichkolwiek dotychczas znanych nici wiskozowych i wykazujące przytem duży połysk. Dotychczas natomiast panowało mniemanie, że nici, otrzymane działaniem mocnego kwasu siarkowego, nie mają połysku, gdyż gazowe produkty, w braku rozpuszczalnika, ulatniają się i udaremniają tworzenie się włókien błyszczących.

Uczyniono dalej spostrzeżenie, że dla mocy nici, wytwarzanej według niniejszego wynalazku, jest korzystne rozciąganie nici w kąpieli strącającej albo pomiędzy kąpielą strącającą i urządzeniem zbiorczem albo w obu tych miejscach.

Sposób według wynalazku wykonywa się tak, że wiskozę doprowadza się do postaci nici sztucznej i koaguluje się kwasem siarkowym, zawierającym przynajmniej 55% H_2SO_4 , np. o zawartości 55 — 85% monohydratu. W większości wypadków może to odbywać się tak, że przez odpowiednio ukształtowane otwory wpuszcza się wiskozę do kwasu siarkowego, zawierającego 55 — 98% H_2SO_4 , np. o zawartości 65 — 85% monohydratu albo do kąpieli strącającej, zawierającej 55 — 85% kwasu siarkowego, np. o zawartości 65—85% monohydratu. Mocny kwas siarkowy może być zastosowany sam albo zmieszany z kwasem solnym, kwasem azotowym, kwasem fosforowym, albo z jedną lub kilkoma solami obojętnymi albo kwaśnymi, jak siarczany, np. siarczan sodowy, dwusiarczan sodowy, siarczan amonowy, siarczan ma-

gnezu, siarczan cynku albo dwusiarczyn sodowy, siarczyn sodowy, azotyn sodowy, kwas borowy i z tym podobnymi związkami. Do mocnego kwasu siarkowego albo do jego mieszaniny z innym mocnym kwasem albo z jedną albo kilkoma ze wspomnianych nieorganicznych substancji można dodawać jedną albo kilka organicznych substancji, np. glicerynę albo rodzaj cukru, jak glukozę albo alkohol albo sól organicznej zasady, jak sól anilinową, albo kwas organiczny, jak octowy, mrówkowy, mlekowy albo szczawiowy. O ile dodaje się sól, która reaguje z mocnym kwasem siarkowym, wytwarzając kwaśny siarczan albo gdy następuje podwójna wymiana, to moc kwasu siarkowego tak się oblicza, by kąpiel strącająca, po zużyciu ilości, potrzebnej do wytworzenia kwaśnego siarczanu albo do podwójnej wymiany, zawierała kwas siarkowy o pożądanej mocy, a w każdym razie nie mniej niż 55% części wagowych monohydratu na 100 części wagowych kąpeli strącającej.

Moc kwasu uzależnia się od czasu dojrzewania błonnika alkalicznego, częściowo od stopnia dojrzałości gotowej wiskozy, a częściowo od zawartości błonnika w wiskozie, względnie od jej płynności. Jako regułę, zresztą nieograniczającą wynalazku, należy przyjąć, że wiskozy, które dojrzewały przez kilka dni, albo wiskozy, otrzymane z błonnika alkalicznego, który dojrzewał przez czas dłuższy, np. 2 — 3 dni lub wreszcie wiskozy ubogie w błonnik, względnie rzadkie wiskozy, nie wytrzymują tak mocnego kwasu siarkowego, jak wiskozy, które dojrzewały przez czas krótki (np. 3 do 48 godzin) albo wiskozy, otrzymane z błonnika alkalicznego, który dojrzewał krócej, niż zwykle, a więc np. 3 do 48 godzin albo wiskoza, której wcale dojrzewaniu nie poddawano, lub wreszcie wiskozy gęściejsze i bardziej ciągliwe czyli bogatsze w błonnik. Moc kwasu siarkowego należy również dostosować w pewnym

stopniu do długości przejścia przez kąpiel strącającą oraz do stopnia rozciągania skoagulowanych sztucznych nici w kwasie lub nazewnątrz niego, np. między kąpielą strącającą a urządzeniem zbiorczem.

Temperatura kąpeli strącającej może być rozmaita, np. pokojowa lub wyższa (25 — 50°C) albo niższa (0 — 10°C) albo też niższa od 0° (—1 do —10°C).

Długość przejścia nici w kwasie siarkowym lub w kąpeli, zawierającej ten kwas, można dowolnie zmieniać, np. od 3 do 60 cm, a nawet do 1 lub 2 m.

W razie potrzeby nitkę, wychodzącą z dyszy przędzalniczej, można poddać rozciąganiu albo jeszcze w kąpeli strącającej, składającej się z mocnego kwasu siarkowego, albo potem, to jest między kąpielą strącającą a urządzeniem zbiorczem, np. cewką lub wirówką, albo i w kąpeli i między kąpielą a urządzeniem zbiorczem.

Wypłókanę nitki przed albo po suszeniu można traktować parą lub ogrzewać na sucho.

Każdą wiskożę, otrzymaną jakimkolwiek sposobem, można zużytkować według niniejszego wynalazku. Sposób ten daje świetne wyniki przy użyciu wiskoz, otrzymywanych z błonnika alkalicznego, które dojrzewały normalnie długo, oraz przy użyciu wiskoz, otrzymywanych z błonników alkalicznych, które albo wcale albo stosunkowo krótko dojrzewały (np. 1 — 24 godzin), a w każdym razie krócej, niż się to dzieje zwykle przy wytwarzaniu sztucznego jedwabiu, to znaczy, nie dłużej niż 48 godzin.

Sposób według wynalazku daje również doskonałe wyniki przy zastosowaniu wiskoz, otrzymanych z pominięciem wytwarzania błonnika alkalicznego, to znaczy, otrzymanych wprost przez zmieszanie substancji.

Do wiskozy można, w razie potrzeby, dodać jedną lub kilka substancji, używanych w przemyśle sztucznego jedwabiu

jako dodatki, np. gliceryny, glukozy, siarczanu sodowego, dwusiarczynu sodowego, siarczanu amonu, krzemianu alkalicznego, glinianu alkalicznego, amonjaku i tym podobnych substancyj.

Sposób według wynalazku można wykonać w wielu odmianach, których przykłady podane poniżej, nie wyczerpują jednak całego jego zakresu.

Przykład I. a. Do 100 części wagowych błonnika siarczynowego dodaje się 900 do 2000 części wagowych 18%-owego ługu sodowego o temperaturze 15 — 18°C i mieszaninę pozostawia się w spokoju na 3 do 24 godzin. Następnie stłacza się ją aż do otrzymania 300 części wagowych; masę tę rozdrabnia się ręcznie lub zapomocą odpowiedniego urządzenia, np. włókniarce. Rozdrobniony błonnik sodowy trzyma się przez 60 do 70 godzin w temperaturze pokojowej, a następnie dodaje się do niego 30—40 części wagowych siarczku węgla, którym działa się przez kilka godzin (np. 4 — 8) przy temperaturze 16° — 20°C, poruszając masę (np. w zamkniętym bębnie) albo mieszając ją (np. w zamkniętej włókniarce, łatwo dającej się opróżniać, albo w mieszarce). Następnie nadmiar siarczku węgla odparowuje się lub odsącza, a nasiarczowaną masę rozpuszcza się w wodzie lub rozcieńczonym ługu sodowym tak, żeby wiskoza zawierała 8 do 12% błonnika (określanego znany sposób zapomocą strącania kwasem, wypłókania i wysuszenia). Przy użyciu ługu sodowego do rozpuszczania, można go np. tak nastawić, żeby ług, pochodzący z błonnika alkalicznego, zawierał 5 do 8% NaOH . Tak otrzymany roztwór przesącza się zwykłym sposobem przez watę lub gęstą tkaninę bawełnianą albo przez oba te materiały i albo natychmiast albo po krótkotrwałem (np. od 12 godzin do 2 dni) lub dłuższem (np. czterodniowem) dojrzewaniu przędzie się go do jednej z następujących kąpieli:

1) z kwasu siarkowego 50° — 55°Bé lub
2) z kwasu siarkowego 45° — 50° Bé albo

3) z roztworu 13,3 części wagowych siarczanu amonu w 120 częściach wagowych kwasu siarkowego 45° — 55°Bé, do którego dodano jeszcze 7 do 9 części wagowych kwasu siarkowego 66° Bé, albo wreszcie

4) z roztworu 10 — 15 części wagowych syropu glukozowego w 190 — 185 częściach wagowych kwasu siarkowego 45 — 55°Bé.

Temperaturę kąpieli strącającej utrzymuje się od 0 do 16°C, np. przy 8°C albo od —4 do —8°C.

Długość przesuwania się nitek w kąpieli strącającej może wynosić od 30 — 100 cm, a nawet może być większa. Nitki te nawija się na cewkę, znajdującą się albo bezpośrednio tuż przy kąpieli strącającej albo oddaloną od niej o 20 do 120 cm albo do wirówki przedziałniczej, poczem nici się wymywa i suszy.

Nitki można wyciągać którymkolwiek ze znanych sposobów, a mianowicie albo w kąpieli strącającej, albo po jej opuszczeniu, to jest między kąpielą a urządzeniem zbiorczem. Może się to odbywać np. w ten sposób, że się dobiera odpowiednio duży odstęp między kąpielą a urządzeniem zbiorczem, albo też przez prowadzenie nitek przez haczyki i drążki, odpowiednio rozmieszczone w kąpieli strącającej albo między kąpielą a urządzeniem zbiorczem, albo i w kąpieli i między kąpielą a urządzeniem zbiorczem.

Szybkość przeciągania może się również zmieniać w szerokich granicach. Jako regułę, nie ograniczającą jednak niniejszego wynalazku, należy przyjąć, że górna granica szybkości przeciągania częściowo zależy od temperatury cieczy strącającej, częściowo od długości przejścia, częściowo od odległości między kąpielą strącającą a urządzeniem zbiorczem, częściowo od stop-

nia napięcia nitek podczas przedzenia, częściowo od ilości wiskozy, doprowadzanej przez pompę przędzalniczą. Wyjaśniono to na poniższych przykładach, nie ograniczając zresztą zakresu wynalazku.

1. Przy użyciu kąpieli strącającej, oziębionej poniżej 0°C , np. do -5°C , przy długości przejścia od 60 do 120 cm, np. 80 cm oraz przy odległości między kąpielą strącającą a urządzeniem zbiorczym, np. cewką 60 — 150 cm, np. 120 cm i jeżeli nitki między kąpielą a urządzeniem zbiorczym są mocno naprężone i jeżeli przytem pompa doprowadza 2 — 3 cm^3 wiskozy na minutę, dobre wyniki otrzymuje się przy szybkości przeciągania, wynoszącej 18 — 26 m albo 30 m na minutę, jednak, w razie potrzeby, może szybkość ta wynosić nawet 40 m/min.

2. Jeżeli wszystkie warunki przedzenia pozostaną takie same, jak w punkcie 1, z wyjątkiem ilości doprowadzanej wiskozy, która w tym wypadku równa się 4 — 5 cm na minutę, to szybkość przeciągania można podnieść do 40 — 60 m/min.

3. Jeżeli wszystkie warunki przedzenia pozostaną takie same, jak w punkcie 1, z wyjątkiem temperatury kąpieli strącającej, która w tym wypadku wynosi 4 do 25°C , np. 8°C , to szybkość przeciągania można podnieść do 50 — 60 m na minutę.

Jeżeli w przykładzie 1 skrócić długość przejścia albo odległość urządzenia zbiorczego od kąpieli strącającej albo obie te odległości, wtedy wskazane jest nie stosować zbyt małej szybkości przeciągania. W wypadku, gdy nić podczas przedzenia nie jest poddana dostatecznemu rozciąganiu, dobrze jest stosować duże szybkości wyciągania.

Przed płókaniem można nitki traktować w znany sposób jeszcze przez czas dłuższy lub krótszy, np. w ciągu jednej godziny jakkolwiek kąpielą strącającą dla wiskozy, np. roztworem kwaśnych siarczanów, roztworem dwusiarczynu sodowego,

rozcieńczonym kwasem siarkowym i tym podobnymi odczynnikami.

Wymyte nitki można przed albo po suszeniu ogrzać do wyższej temperatury (np. $100 - 110^{\circ}$) albo traktować parą.

Ewentualne odsiarkowanie i bielenie odbywa się znanymi sposobami.

b. Sposób pracy, jak w punkcie a, z tą różnicą, że do siarczkowania błonnika sodowego stosuje się 75 do 150 części wagowych siarczku węgla.

c. Sposób pracy, jak w punktach a lub b, z tą różnicą, że błonnik sodowy stłacza się aż do otrzymania pozostałości, wynoszącej 200 części wagowych.

Przykład II. a. Sposób pracy taki sam, jak w przykładzie I w punktach a, b, z tą różnicą, że:

1. nasiarczkowaną masę rozpuszcza się w wodzie lub w rozcieńczonym ługu sodowym tak, żeby wiskoza zawierała 5 — 8% błonnika, oznaczonego znanym sposobem przez strącenie kwasem, przemycie i wysuszenie;

2. jako kąpiel strącającą stosuje się jedną z następujących:

A. kwas siarkowy 55 — 60°Bé , albo

B. kwas siarkowy 50 — 55°Bé , albo

C. roztwór 13,3 części wagowych siarczanu amonu w 120 częściach wagowych kwasu siarkowego 50 — 60°Bé , do którego dodaje się jeszcze 7 — 9 części wagowych kwasu siarkowego 66°Bé , albo

D. roztwór 10 — 15 części wagowych syropu glukozowego w 190 — 185 częściach wagowych kwasu siarkowego 50 — 60°Bé .

Przykład III. a. Sposób pracy, jak w przykładzie I a, I b, I c, albo II a, II b, II c, z tą różnicą, że wiskozy albo wcale nie poddaje się dojrzewaniu albo tylko przez 12 — 48 godzin, a jako kąpiel strącającą stosuje się kwas siarkowy o stężeniu 60 — 64°Bé , np. 62°Bé przy temperaturze 6 — 10°C .

Przy użyciu tak silnego kwasu wskaza-

ne jest zastosowanie dużej szybkości przeciągania, np. 40 — 50 m na minutę.

Przykład IV. *a.* 100 części wagowych błonnika siarczynowego zanurza się w 900 do 2000 częściach wagowych 18%-owego ługu sodowego o temperaturze 15 — 18°C i mieszaninę pozostawia się w spokoju przez 3 do 24 godzin. Następnie masę stłacza się, aż pozostanie z niej 300 części wagowych, i pozostałość rozdrabnia się ręcznie lub w odpowiednim urządzeniu, np. w chłodzonej włókniarce. Do błonnika sodowego natychmiast lub wkrótce (np. po godzinie) po rozwłóknieniu dodaje się 30 do 60 części wagowych siarczku węgla, przyczem wskazane jest poruszanie mieszaniny, np. w zamkniętym gniotowniku lub wprawianie jej w ruch (np. w bębnie do siarczowania). Działanie siarczku węgla powinno trwać kilka, np. 4 do 12 godzin, przy temperaturze 16 — 20°C. Następnie nadmiar siarczku węgla usuwa się przez odsączenie lub odpędzenie, a nasiarczowaną masę, stanowiącą zazwyczaj 330 do 400 części wagowych, rozpuszcza się w 650 do 900 częściach wagowych 6,5 do 10%-owego ługu sodowego i zwykłym sposobem przesącza się przez watę albo gęstą tkaninę bawełnianą lub przez jedną i drugą, poczem natychmiast po usunięciu pęcherzyków gazu albo też po krótkim (np. 12 godz., a nawet 2-dniowym) lub średnim (np. czterodniowym) dojrzewaniu przy temperaturze 16—18°C, przędzie się do jednej z następujących kąpieli:

1. z kwasu siarkowego o stężeniu 60°Bé, albo
2. z kwasu siarkowego o stężeniu 55°Bé, albo
3. z roztworu 13,3 części wagowych siarczanu amonu w 120 częściach wagowych kwasu siarkowego o stężeniu 55 do 60°Bé, do którego dodaje się 9 do 10 części wagowych kwasu siarkowego, o stężeniu 66°Bé, albo
4. z roztworu 10—15 części wagowych

syropu glukozowego w 185—190 częściach wagowych kwasu siarkowego o stężeniu 55—60°Bé.

Temperaturę kąpieli strącającej utrzymuje się od 0° do 16°C, np. przy 8°C, albo między —4 i —8°C.

Przędzenie i dalsze obrabianie włókien jest takie samo, jak poprzednio.

b. Sposób pracy taki, jak w punkcie *a*, z tą różnicą, że do rozpuszczania nasiarczowanego błonnika sodowego stosuje się ług sodowy 3 do 5%-owy. Odpowiednio do tego, wiskoza jest gęściejsza.

c. Sposób pracy taki, jak w punkcie *a* albo w punkcie *b*, z tą różnicą, że do siarczowania błonnika sodowego stosuje się 45 do 75 części wagowych siarczku węgla.

d. Sposób pracy taki, jak w punktach *a*, *b* lub *c*, z tą różnicą, że błonnik siarczynowy stłacza się aż do otrzymania 200 części wagowych pozostałości.

e. Sposób pracy taki, jak w punktach *a*, *b*, *c* lub *d*, z tą różnicą, że jako kąpiel strącającą stosuje się kwas siarkowy o stężeniu 40 do 50°Bé.

Przykład V. Sposób otrzymywania wiskozy tem się różni od sposobu, przytoczonego w przykładzie IV *a*, *b*, *c*, *d* lub *e*, że błonnik sodowy po odcisnięciu i rozdrobnieniu dojrzewa przed siarczowaniem przez 3 do 24 godzin przy temperaturze 16 do 20°C. Ilość i moc ługu sodowego, potrzebnego do rozpuszczenia nasiarczowanej masy, może być taka sama, jak w przykładzie IV albo niższa, np. można ją dobrać tak, żeby otrzymać 10—12%-ową wiskozę (licząc w stosunku do błonnika wyjściowego).

Dalsza przeróbka i przędzenie, jak w przykładzie IV *d* do *e*.

Przykład VI. *a.* 80 do 100 części wagowych rozdrobnionego błonnika siarczynowego albo bielonej bawełny miesza się z 920—900 częściami wagowymi 8—10%-owego ługu sodowego. Do tej mieszaniny dodaje się 40 do 150 części wagowych siarczku

węgla i masę reagującą pozostawia się w temperaturze pokojowej w ciągu 12—72 godzin, stale lub od czasu do czasu poruszając ją lub mieszając. Tak otrzymany roztwór wiskozy w znany sposób odsącza się przez watę albo gęstą tkaninę bawełnianą lub przez jedną i drugą oraz uwalnia od przyczepionych ewentualnie pęcherzyków gazu. Następnie albo natychmiast albo po krótszym lub dłuższym (np. 2—10-dniowym) dojrzewaniu w temperaturze pokojowej przedzie się wiskożę w znany sposób do jednej z poniższych kąpeli strącających:

1. z kwasu siarkowego o stężeniu 55—60°Bé, albo

2. z kwasu siarkowego o stężeniu 45 — 50°Bé, albo

3. z roztworu 13,3 części wagowych siarczanu amonu w 120 częściach wagowych kwasu siarkowego o stężeniu 45 — 60°Bé, do którego dodano jeszcze 7 — 9 części wagowych kwasu siarkowego o stężeniu 60°Bé, albo

4. z roztworu 10 — 15 części wagowych syropu glukozowego w 85 — 90 częściach wagowych kwasu siarkowego o stężeniu 45 — 60°Bé.

Temperaturę kąpeli strącającej utrzymuje się od 0° do 16°C, np. przy 8°C albo od —4 do —8°C.

Przędzenie i obróbka nitok takie samo, jak w przykładach poprzednich.

b. Sposób pracy taki, jak w punkcie a, z tą różnicą, że wiskożę otrzymuje się w sposób następujący:

60 do 65 części wagowych celulozy siarczynowej, suszonej w powietrzu, korzystnie bardzo rozdrobnionej, albo celulozy siarczynowej merceryzowanej ługiem sodowym mocy od 18 do 20%, a następnie przemytej i wysuszonej, albo bielonej bawełny, np. waty opatrunkowej albo lintersu albo bawełny lub lintersu merceryzowanego ługiem sodowym mocy od 18 do 20%, miesza się w temperaturze pokojo-

wej, poruszając lub ugniatając, z 940 częściami wagowymi ługu sodowego mocy od 8 do 10%, aż do otrzymania jednorodnej mieszaniny. Czas mieszania może wynosić tylko 10 do 15 minut, zwłaszcza w przypadku, gdy substancja wyjściowa łatwo pochłania ług sodowy i szybko się w nim rozchodzi. Można jednak mieszać mieszaninę w ciągu całych godzin, albo też pozostawić ją samej sobie celem uzyskania równomiernego przesycenia się substancji wyjściowej ługiem sodowym. Skoro mieszanina stała się jednorodna, dodaje się tyle siarczku węgla, że na 100 części wagowych substancji wyjściowej przypada od 30 do 50 części wagowych siarczku węgla, następnie naczynie zamyka się i masę porusza, ugniata, wstrząsa lub wprawia w ruch w inny sposób w ciągu od 10 do 15 minut przy temperaturze pokojowej. Następnie mieszaninę reakcyjną ochładza się, najlepiej w tem samem naczyniu, zaopatrzonem w działające z zewnątrz lub od wewnątrz lub z zewnątrz i od wewnątrz urządzenie chłodnicze, zapomocą którego uzyskiwanie niskich temperatur jest niezawodne (np. kąpiel chłodząca o temperaturze mniej więcej —16 do —25°C, w której jest umieszczone naczynie, lub chłodzony płaszcz podwójny, lub chłodzony płaszcz podwójny i chłodzone skrzydła mieszadła, lub węzownica chłodząca lub tym podobne urządzenia), i podczas tego procesu masę miesza się, ugniata, trze lub porusza, przy czem naczynie może być otwarte lub zamknięte. Chłodzenie prowadzi się w ten sposób, aby temperatura masy nie mogła opadać znacznie poniżej —10 do —11°C. Przy mniej więcej —8 do —10°C w masie zaczyna ujawniać się tworzenie kryształów, względnie łatwe zamarzanie i zjawiska te stają się jeszcze wyraźniejsze przy dalszym spadku temperatury. Skoro mieszanina reakcyjna osiągnęła temperaturę mniej więcej —10 do —11°C, zamarza zwykle na miękką masę o konsystencji

smalcu, pozwalającą na dalsze poruszanie. Gdy masa była utrzymywana przez pół godziny do 40 minut w temperaturze od -10 do -11°C , przerywa się ochładzanie i daje się zakrzepniętemu roztworowi odta-jać, najlepiej przy stosowaniu dalszego po-ruszania. Proces ten może się odbywać bądź w temperaturze pokojowej, bądź też, celem przyspieszenia procesu, przy dopro-wadzeniu nieznacznej ilości ciepła. Przy około 3°C masa roztapia się na mniej lub więcej lepki, zależnie od zawartości celu-lozy, ciekły roztwór, który posiada mleczną barwę wskutek obecności niezużytego i bardzo rozdrobnionego siarczku węgla. Mleczny wygląd ztraca się jednak (od-działywanie siarczkiem węgla przy tempe-raturze pokojowej może być przedłużone nawet do dwóch godzin), odrazu lub wkrót-ce po uzyskaniu przez roztwór wiskozy temperatury pokojowej.

c. Sposób pracy taki, jak w punktach a albo b z tą różnicą, że przed albo po do-daniu siarczku węgla lub mieszaniny błon-nika i ługu sodowego dodaje się nieco ka-talizatora, np. 0,2 — 1 część wagową roz-puszczalnej soli chromowej, niklowej albo żelazowej.

d. Sposób pracy taki, jak w punktach a albo b, z tą różnicą, że przed lub po do-daniu siarczku węgla dodaje się do 100 części wagowych błonnika wyjściowego nie-wielką ilość rozpuszczalnego nadtlenu, np. 5 — 20 części wagowych nadtlenu sodu.

Przykład VII. 100 części wagowych celulozy siarczynowej wprowadza się do oziębionej włókniarzki, zamykanej herme-tycznie, poczem dodaje się 200 części wa-gowych 12 — 20%-owego ługu sodowego, najlepiej małemi porcjami. Skoro masa stanie się jednolita, dodaje się 40 do 60 części wagowych siarczku węgla, poczem włókniarzkę się zamyka. Po 4 do 8 godzin wyjmuje się masę z włókniarzki i rozpu-szcza w 920 częściach wagowych 6,15%-

owego ługu sodowego. Nasiarczkiowana ma-sa waży 330 części wagowych. Wiskoza końcowa zawiera 8% celulozy.

Sączenie i przedzenie tej wiskozy od-bywa się jak w przykładach poprzed-nich.

Sposoby wytwarzania włókien wynika-ją same przez się z poprzednich przykła-dów.

Według powyższych przykładów moż-na otrzymywać, np. sztuczny jedwab, od-znaczający się większą wytrzymałością na sucho i na mokro, niż jedwab sztuczny, o-trzymywany w tych samych warunkach jednak zapomocą innych, znanych z tech-niki jedwabiu wiskozowego czynników che-micznych, stosowanych jako kąpiel strąca-jąca. Najmniejszej trudności nie nastręcza, np. otrzymywanie sztucznego jedwabiu o wytrzymałości na sucho 2 g/denier, a na-wet 4 g/denier, a na mokro 1,5 — 2,5 g/denier i wyżej.

Przykład VIII. Wiskożę, otrzymywa-ną według przykładu I, II, III, IV, V, VI lub VII, wprowadza się przez odpowiedni lej albo szczelinę do kąpieli strącających, wymienionych w przykładach powyższych, a po przeprowadzeniu jej przez nie prze-mywa się ją i suszy.

Przykład IX. Wiskożę, otrzymaną we-dług przykładów I, II, III, IV, V, VI albo VII z dodatkiem ciała wypełniającego, jak talku albo też barwnika czy pigmentu, jak mika lub sadze, można powlekać lub nasy-cać bawełnę w odpowiednich maszynach nie susząc, poczem bawełnę przeprowadza się w stanie napiętym przez kąpiel strąca-jącą o składzie, wymienionym w przykła-dzie I. W ten sposób apreturowaną wzglę-dnie powleczoneą bawełnę wymywa się i su-szy.

W przykładach poprzednich, zamiast mocnego kwasu siarkowego można zastoso-wać mocny kwas chlorowcowodorowy, np. kwas solny 25 — 40%-owy albo mocny kwas azotowy, np. 60 do 90%-owy, albo

mocny kwas fosforowy, np. o ciężarze właściwym 1,5 — 1,85, wreszcie mocny kwas arsenowy, np. 90%-owy.

W wyżej przytoczonych przykładach przy otrzymywaniu wiskozy można zamiast celulozy siarczynowej stosować bieloną bawełnę albo celulozę, traktowaną uprzednio przy oziębianiu rozcieńczonym kwasem, np. kwasem solnym lub siarkowym, krótko mówiąc, wszelkiego rodzaju materiał celulozowy, stosowany w technice wiskozowej lub w technice tej proponowany.

Wyrażenie „mocny kwas siarkowy” albo „kwas siarkowy, zawierający co najmniej 55% monohydratu kwasu siarkowego” oznacza w opisie i w zastrzeżeniach kwas siarkowy 50 — 98%-owy albo 100%-owy.

Wyrażenie „sztuczne materiały” oznacza sztuczne włókna i przędzę wszelkiego rodzaju, np. sztuczny jedwab, włókna wiązkowe, sztuczną bawełnę, sztuczne włosy, sztuczną słomę wszelkiego rodzaju.

Dane procentowe w opisie i zastrzeżeniach dotyczą odsetek wagowych.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania z wiskozy sztucznych nici o wytrzymałości na sucho, przekraczającej 2 g na denier, znamienny tem, że na wychodzącą z dyszy przędzalniczej w postaci nici wiskozę, oddziaływa się środkiem, koagulującym wiskozę i uplastyczniającym skoagulowaną wiskozę, np. cieczą, zawierającą od 55 do 98%, najlepiej od 65 do 85% monohydratu kwasu

siarkowego, lub równoważną zawartość innego kwasu mineralnego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że do wytwarzania wiskozy używa się alkaliceleulozę niedojrzałą lub taką, która dojrzewała krócej niż 48 godzin, np. najwyżej 24 godziny.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że nie sztuczną naciąga się w znany sposób w kąpieli strącającej lub pomiędzy kąpielą strącającą a urządzeniem zbiorczem lub też zarówno w kąpieli strącającej, jak i pomiędzy kąpielą strącającą a urządzeniem zbiorczem.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tem, że kąpiel strącająca oprócz kwasu zawiera jedną lub kilka substancji nieorganicznych lub organicznych, np. glicerynę, glukozę, siarczany sodowy, krzemian alkaliczny.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamienny tem, że temperaturę kąpieli strącającej utrzymuje się poniżej temperatury pokojowej, np. pomiędzy 0 a 5°C, albo poniżej 0°C, np. pomiędzy —1 a —10°C.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamienny tem, że długość zanurzenia ukształtowanej wiskozy w kąpieli strącającej wynosi przynajmniej 30 cm.

7. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamienny tem, że wymyte nici, przed suszeniem lub po suszeniu, naparza się i ogrzewa.

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