



PATENTNI SPIS ŠT. 5503

Dr. Leon Lilienfeld, Wien, Avstrija.

Postopek za izdelovanje umetnih snovi iz viskoze.

Prijava z dne 13. decembra 1926.

Velja od 1. januarja 1928.

Zahtevana prvenstvena pravica z dne 5. januarja 1926. (Avstrija).

Po moji iznajdbi se morejo izdelovati umetna vlakna ali viskozna svila velike trdnosti v suhem stanju, presegajoče 2 grama na denier, s tem, da se spravi viskoza v obliko vlakna in pusli na oblikovano vlakno delovali žveplena kislina, ki vsebuje približno 55 odstotkov H_2SO_4 , in bolj žveplena kislina, ki vsebuje več kakor 55 odstotkov, na primer 65 do 86 odstotkov H_2SO_4 .

Moje odkritje, da se more taka jaka žveplena kislina uporabiti kot koagulirajoča kopel pri izdelavi umetnih vlaken iz viskoze, je presenetljivo, ker je bilo opazovano, da so bila z žvepleno kislino različnih stopenj koncentracije med 5% in 40% H_2SO_4 dobljena vlakna, katera izgledajo, opazovana pod mikroskopom, pokrita z finimi luskami med tem koje s koncentrirano žvepleno kislino oblikovanje lesketajočega se vlakna, traka ali sličnega popolnoma pokvarjeno.

Se bolj presenetljivo je, da morem iz viskoze izdelovati s pomočjo tako močne žveplene kisline vlakna, katera imajo težno jakost, ki prekaša ono kateregakoli do sedaj znanega umetnega vlakna, in se v nekaterih slučajih približuje oni naravnih vlaken, kakor bombaža ali prave svile, jo v nekaterih slučajih dosega, in v nekaterih slučajih celo prekaša. Na primer, po tem postopku ni težko izdelovati umetne svile ali umetnosvilenega prediva, katero ima v suhem stanju precej večjo trdnost kakor 2 grama in celo večjo kakor 3 grame na denier, na

primer 3 ali celo 3.5 do 4 grame na denier in v nekaterih slučajih celo večjih kakor 4 v nekaterih slučajih celo 5 gramov na denier, in v mokrem stanju trdnost 1.5 do 2—5 gramov na denier in večjo.

Nadaljna prednost umetnih vlaken, ki so izdelana po tem postopku, napram običajni viskozni svili je njih večja odpornost napram vodnim alkalnim raztopinam in napram milu.

Nadalje sem našel, da je koristno za težno jakost umetnih vlaken, ki so izdelana po tem postopku, da se vlakna dodatno razlegnejo, bodisi v koagulirajoči kopeli, bodisi med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom, bodisi na obeh mestih.

Postopek se izvrši na ta način, da se spravi viskoza v obliko umetnega vlakna in koagulira s pomočjo žveplene kisline, vsebujoče najmanj približno 55 odstotkov H_2SO_4 , na primer žveplene kisline, vsebujoče 55 do 85 odstotkov monohidrata. V največ slučajih na primer pri izdelavi umetnih vlaken ali vlakenc, se to lahko naredi na ta način, da se pusli viskozo i ti skozi primerno oblikovane odprtine v žvepleno kislino, vsebujočo 55 do 98 odstotkov H_2SO_4 , na primer kislino močno (računano v H_2SO_4) od 65 do 85 odstotkov ali v kopel, vsebujočo 55 do 98 odstotkov na primer 65 do 85 odstotkov monohidrata. Močna žveplena kislina se lahko uporablja sama, ali, v kolikor se sklada s pogoji, pod katerimi se uporablja, v zmesi s

primerno množino ene ali večjih anorganskih snovi, na primer z drugo močno mineralno kislino, kakor solno kislino, solitrovo kislino ali fosforno kislino, ali z nevtralno ali kislo soljo, kakor natrijev sulfat, natrijev bisulfat, amonijev sulfat, magnezijev sulfat, cinkov sulfat, natrijev bisulfid, natrijev sulfid, natrijev nitrit ali borovo kislino. Nadalje, v kolikor se sklada s pogoji, pod katerimi se uporablja, se more močni žvepleni kislini ali njeni zmesi z drugo močno kislino ali z eno ali večimi gori omenjenih anorganskih snovi pridejati primerna množina ene ali večjih organskih snovi, kakor glicerol ali kak slakor, na primer glukoza, ali alkohol ali kaka sol organske baze, na primer anilinova, ali kaka organska kislina, kakor ocelna kislina, ali mravljinčna kislina, ali mlečna kislina, ali oksalna kislina. Če je pridejana sol, katera je zmožna reakcije z močno žvepleno kislino s tvorjenjem kislega sulfata, ali katera se z žvepleno kislino medsebojno presnovi, naj se jakost žveplene kisline tako izbere, da vsebuje koagulirajoča kopel, potem ko je porabljena množina, katera je potrebna za tvorjenje kislega sulfata ali za medsebojno presnovo, prosto žvepleno kislino željene jakosti, na noben način pa ne manj kot približno 55 težinskih delov monohidrata v 100 težinskih delih obarjalne kopeli.

Jakost žveplene kisline je odvisna, ceteris paribus, deloma od časa zorenja, kateri je dan alkalni celulozi, deloma od časa zorenja, kateri je dan gotovi viskozi, in deloma od viskozitete ali množine celuloze, ki je vsebovana v viskozi. Kot pravilo, na katero pa iznajdba ni omejena, naj bo navedeno, da viskoze, katere so zorele skozi več dni in viskoze, katere so bile napravljene iz alkalne celuloze, kateri je bilo dovoljeno zorenje primeroma dolgo časa, na primer 2 ili 3 dni, in viskoze, katere so revne na celulozi ali malo viskozne, ne prenesejo tako močne žveplene kisline kakor viskoze, katerim ni bilo dovoljeno zoreti ali katerim je bilo dovoljeno zoreti samo malo časa (na primer 3 do 48 ur), in viskoze, katere so bile napravljene iz alkalne celuloze, kateri sploh ni bilo dovoljeno zoreti, ali kateri je bilo dovoljeno zoreti manj časa kakor običajno, na primer 3—36 ur, in viskoze, katere so bogate na celulozi ali visoko viskozne. Faktično so za to iznajdbo najbolj uporabne take viskoze, katere imajo viskoziteti 2 ali več, če primerjamo z glicerinom, katerega viskozitet je vzeta kot enota.

V nekaterih slučajih je tudi koristno uporabljati viskozo, pri izdelavi katere se je uporabljal ogljikov disulfid v množini od

več kakor 40 odstotkov teže celuloze, rabljene pri izdelavi viskoze.

Jakost žveplene kisline zavisi nadalje do gotove mere od trajnosti namakanja v koagulirajoči kopeli, in od raztezanja koagulanega materiala v kislini ali izven nje, na primer med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom, na primer vretenom.

Obarjalna kopel ima lahko sobno temperaturo ali temperaturo, ki je višja kakor sobna temperatura, na primer 25 do 50°C, vendar praviloma raje uporabljamo temperaturo, ki je nižja kot sobna temperatura, na primer 0 do 10°C, ali celo pod 0°C, na primer od 1—10°C.

Dolžina vlakna ali vlakenca, polopljenega v močni žvepleni kislini, ali v kopeli, katera jo vsebuje, lahko zelo variira, na primer od 3 do 60 centimetrov in celo več, na primer od 1 do 2 metra, kar zavisi v splošnem od starosti viskoze in od temperature in koncentracije predeče kopeli.

Če željeno, se vlakno lahko nategne, bodisi neposredno po oblikovanju, to je v koagulirajoči kopeli, ki vsebuje močno žvepleno kislino, ali obstoji iz nje, ali pa pozneje, to je med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom, kakor vretenom ali centrifugo, ali pa v koagulirajoči kopeli med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom.

Ker se pri daljšem kontaktu z žvepleno kislino v mojem postopku uporabljene jakosti celuloza načne in končno uniči, je neobhodno potrebno, prekiniti vpliv kisline na oblikovano vlakenco ali slično, z umivanjem ali z drugim znanim sredstvom, in to se najbolje izvrši pred ali med oblaganjem vlakna na vreteno ali v centrifugalno posodo ali sličen aparat. To takojšnje prekinjenje delovanja kisline je manj važno če se zbira vlakno ali slično v tankih plasteh, v katerem slučaju je mogoče nekoliko odgodeno umivanje; tako zbiranje v tankih plasteh pa ni najboljši postopek, iz vzrokov, ki so dobro znani onim, ki so izkušeni v tem poslu.

Po umivanju se more vlakno ugrevali ali pariti, pred sušenjem ali po sušenju.

Pri tem postopku se more uporabiti vsaka primerna viskoza. Postopek daje dobre rezultate z viskozami, katere so napravljene iz alkalne celuloze, kateri je bilo dovoljeno zoreti tako dolgo, kolikor se običajno dovoli za zorenje alkalne celuloze pri pripravljanju umetne svile, ali splošno govorjeno, bolj zadovoljivi rezultati se dosežejo z viskozami, pri katerih izdelavi je uporabljena alkalna celuloza, kateri sploh ni bilo dovoljeno zoreti, ali je bilo dovoljeno zoreti krajši čas kakor je običajno pri pripravljanju umetne svile, to je, ne dalj kot na primer 36 ur, na primer 1 do 24 ur.

01 Ta postopek daje dobre rezultate tudi s takimi viskozami, katere se pripravijo na tak način, da se sestavine direktno mešajo.

Na željo se lahko dodajo viskozi ena ali več primernih snovi, poznanih pri pripravljanju viskozne svile, na primer glicerina ali glukoza ali natrijev sulfat ali natrijev sulfit ali natrijev bisulfit ali amonijev sulfat ali kak alkalni slikalet ali alkalni aluminat ali amonijak.

Iz gori navedenega se bo videlo, da zavisí uspeh, da se z porabo žveplene kisline, močne približno 55 odstotkov ali več, dobe vlakna, katerih trdnost v suhem stanju prekaša 2 grama na denier, od mnogih faktorjev, kateri variirajo s specijelno jakostjo izbrane kisline. Nemogoče je navesti vsak pogoj uspeha v vsakem posebnem slučaju in treba je razumeti, da se ne more ogniti eksperimentu, da se najde, kateri so pogoji, polrebni za uspeh, če se uporablja specijelna celuloza, specijelna oblika viskoze in specijelne posameznosti predenja. Navajam naslednje primere, kako se izvaja postopek, ne da bi omejil iznajdbo na te posebne primere.

Primer I.

Slavi 100 delov lesne pulpe, vsebujoče 9—10 odstotkov vode, ali 100 delov linterjev, vsebujočih 7—8 odstotkov vode, v 2.000 delov 18% raztopine kavstične sode pri 15°C, in pusti, da se namaka tri ure potem stiskaj celulozo, dokler ni njena celokupna teža 300 delov, ali pri linterjih 340 delov, potem jo melji v mliinskem stroju 2½ do 3 ure pri 11°C, potem ne da bi pustil alkalno celulozo dalje zoreti, dodaj 40 do 60 delov žveploogljika in pusti učinkovati 8 ur pri 15—18°C, potem odstrani ves prebitni žveploogljik 10—15 minut, in rastopi tako dobljeni celulozni ksantat s toliko vode in kavstične sode, da vsebuje končna raztopina po analizi približno 6,5 odstotkov celuloze in 8 odstotkov NaOH. Filtriraj viskozo, trikrat skozi bombažno volno, tako da se dve filtraciji izvrše kmalu po pridelavi in zadnja neposredno pred predenjem. Pusti viskozo, da zori za predenje 90—96 ur pri 13—15°C. Stiskaj celulozo po približno 3 cm³ na minuto skozi platinasto rešetko s 24 luknjicami, svaka 0,12 m. premera, v kopel, vsebujoče 70 odstotkov žveplene kisline pri 8°C, tako da daš vlaknu dolžino potopa v žvepleni kislino za 80 cm in potem vodiš vlakno skozi prosti zrak najmanj 120 cm dolgo pot in naviješ na vreteno, katero rotira s tako hitrostjo, da vleče vlakno po približno 30 metrov na minuto. Tako pridobljeno vlakno je sestavljeno iz vlakenc, vsako približno 3 do 4 denier. V gori omenjeni poti skozi zrak le-

že 2 steklene palice, po katerih teče vlakno in katere ustvarijo nadaljnje primereno močno stegnjenje ali nategnjenje vlakna. Vreteno teče s spodnjim delom v vodi, tako da se žveplena kislina odstrani ali močno redči v trenutku ali približno v trenutku, ko vlakno doseže vreteno. Vlakna se nato umijejo, očistijo, posuše, nasukajo in končno opremijo kakor običajno. Posedujejo dober lesk in trdnost, ki je precej večja kakor pri navadni umelni svili. Na primer po mojem postopku morem dobiti vlakna, ki posedujejo v suhem stanju trdnost od več kakor 2 grama na denier in v nekaterih slučajih je bila trdnost v suhem stanju toliko kakor ali večja kot 4 grame in celo 5 gramov, medtem ko je trdnost v mokrem stanju odgovorno velika in more biti, na primer, 1,5 do 2,5 gramov na denier ali več.

Primer II (a) do (c).

a) 100 delov sulfitne pulpe ali linterjev se prepoji z 900 do 2.000 deli raztopine natrijevega luga, jakega 18 odstotkov, pri 15° do 18°C, in zmes se pusti stati 3 do 24 ur. Potem se masa stisne na 300 do 400 delov in zdrobi ročno ali v pripravnem aparatu, na primer v hlajenem aparatu za drobljenje. Zdrobljena soda-celuloza se potem pusli 60 do 72 ur pri sobni temperaturi, potem se ji doda 30—60 delov žveploogljika, in zmes se pusli več ur (na primer 4 do 8) pri 16 do 20°C, boljše ako se pri tem meša (na primer v zaprtem aparatu za gnelenje ali giblje), na primer v bobnu za sulfitiranje). Na to se odstrani prebilek žveploogljika, s tem da se izpiha ali izsesa in potem se sulfitirana masa raztopi v vodi ali razredčenem natrijevem lugu tako, da vsebuje viskoza približno 8 do 12 odstotkov celuloze (določene na znani način potem obarjanja s kislino, izpiranja in sušenja). Če se uporablja rastopina kavstične sode za rastapljanje, se more ta na primer tako izbrati, da če se vpoštevata množina kavstične sode, katere je bila navzoča v soda-celulozi, vsebuje končna viskoza 5 do 8 odstotkov kavstične sode. Tako dobljena rastopina viskoze se potem filtrira na kak znani način skozi bombažno volno ali gosto bombažno tkanino ali skozi oboje in oprosti plinastih mehurčkov. Neposredno nato, ali potem ko je bila puščena za zorenje pri 16—18°C za krajši čas na primer 12 ur do dva dni) ali daljši čas (na primer 3 dni do sedem dni), se viskoza sprede v eni sledečih obarjalnih kopeli:

1. žveplena kislina od 50 do 55°Bé, ali
2. žveplena kislina od 45 do 50°Bé, ali
3. raztopina 13,3 delov amonijevega sulfata v 120 delih žveplene kisline od 50

do 55°Bé, kateri je bilo dodanih 7 do 9 delov žveplene kisline od 66°Bé, ali

4. raztopina od 10 do 15 delov glukoze v 100—185 težinskih delih žveplene kisline od 45—55°Bé.

Temperatura koagulirajoče kopeli se vzdržuje pri 0 do 16°C, na primer pri 8°C, ali pri 4°C do 8°C.

Dolžina vlaken, potopljenih v koagulirajočo kopel, v kateri se tvorijo, je lahko kratka na primer 10 centimetrov, ali dolga na primer od 30 do 100 centimetrov ali več. Potem se zberejo na vretenu ali v predilni centrifugi, katera se lahko postavi tik k obarjalni kopeli ali v razdalji od 20 do 120 centimetrov od kopeli, in izperejo. Potem se posuše.

Vlakna se lahko rastegejo na katerikoli znani način, medtem ko so v koagulirajoči kopeli, ali potem ko so bila odstranjena iz kopeli, to je med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom. To se lahko stori, na primer, bodisi tako, da se zbere več ali manj dolga razdalja med kopeljo in zbirnim aparatom, bodisi tako, da se vodijo vlakna po palicah ali kljukah, postavljenih v kopeli ali med kopeljo in zbirnim aparatom, bodisi v kopeli in med kopeljo in zbirnim aparatom.

Hitrost pređenja se lahko variira v širokih mejah. Kot pravilo, na katero pa iznajdba ne namerava biti omejena, se lahko vzame, da je gornja meja možne hitrosti zavisna deloma od temperature koagulirajoče kopeli, deloma od dolžine potopa, deloma od razdalje med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom, deloma od stopnje natezanja, danega vlaknu med pređenjem, in deloma od množine viskoze, dobavljene od sesalke. Nastopni primeri, na katere pa poslopek ne namerava biti omejen naj bodo navedeni v ilustracijo:

1. Če se koagulirajoča kopel uporablja pri temperaturi pod 0°C na primer pri —5°C, in če je dolžina potopljenega vlakna 60 do 120, na primer 80 centimetrov, in če je razdalja med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom, na primer vretenom, 60 do 150 centimetrov, na primer 120 centimetrov, in če je natezanje, dano vlaknu med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom primeroma visoko, in če dobavlja sesalka približno 2 do 3 kubične centimetre viskoze na minuto, potem se dosežejo izborni rezultati s hitrostjo 18 do 26 metrov na minuto, ali 30 metrov na minuto, vendar se lahko uporablja na željo tudi večja hitrost.

2. Če ostanejo vsi pogoji pređenja isti kakor pod 1 razen da dobavlja sesalka 4 do 5 centimetrov viskoze na minuto, potem

se lahko uporablja na željo hitrost do 40 metrov na minuto.

3. Če so pogoji pređenja natančno isti kakor pod 1, razven da je temperatura koagulirajoče kopeli 4° do 25°C, na primer 8°C, je hitrost lahko na željo do 50 do 60 metrov na minuto.

Če se pod 1, skrajša potopljena dolžina ali razdalja med koagulirajočo kopeljo in zbirnim aparatom, ali oboje, se priporoča, da se ne uporablja premajhna hitrost.

Ako se vlakno ne podvrže med pređenjem nikakšnemu dodatnemu raztezanju, tedaj je priporočljivo uporabiti visoke odtežne hitrosti.

Pred končnim izpiranjem se lahko ravna z vlakni na katerikoli znani način s koagulirajočo kopeljo, znano pri pridobivanju viskozne svile, na primer z raztopino natrijevega bisulfata ali natrijevega bisulfata ali z razredčeno žvepleno kislino ali sličnim.

Izprana vlakna se lahko pred ali po sušenju ugrevaajo, na primer pri 100—110°C, ali pari.

Z njimi se tudi lahko ravna s katerikoli desulfurirajočim ali belilnim sredstvom, znanim pri pridobivanju viskoze.

b) Način dela je kakor pod a), razven da se uporablja 75 ali več delov ogljikovega bisulfida za sulfidiranje soda-celuloze.

c) Način dela je kakor pod a) ali b), z razliko, da se stisnje soda-celuloza na 200 delov.

Primer III (a) do (c).

Način dela, kakor v primeru II (a) ali II (b) ali II (c) z razliko.

1. da se sulfidirana masa raztopi v vodi ali razredčeni raztopini kavstične sode, tako da da viskozo, katera vsebuje 5 do 8 odstotkov celuloze, na primer 6 do 7 odstotkov celuloze (določene na znani način potem obarjanja s kislino, izpiranja in sušenja).

2. Da se uporablja kot koagulirajoča kopel ena naslednjih kopeli:

1. žveplena kislina 55 do 60°Bé, ali

2. žveplena kislina 50 do 55°Bé, ali

3. raztopina 13,3 delov amonijevega sulfata v 120 delih žveplene kisline 5° do 60°Bé, kateri je bilo dodanih 7 do 9 delov žveplene kisline 66°Bé, ali

4. raztopina 10 do 15 delov glukoze v 190 do 185 delih žveplene kisline 55 do 60°Bé.

Primer IV (a) do (c).

Način dela kakor v primeru II (a) ali II (b) ali II (c) ali kakor v primeru III (a) ali III (b) ali III (c), z izjemo, da se vis-

kozi sploh ne dovoli zoreti, ali zoreti samo 12 do 48 ur, in da se uporablja kot koagulirajoča kopel žveplena kislina 60° do 64° Bé, na primer žveplena kislina 62° Bé, pri 6 do 10° C.

Če se uporablja tako jaka kislina, je boljše, da poteka pređenje z veliko hitrostjo, na primer 40 do 60 metrov na minuto.

Primer V a) do e).

a) 100 delov sulfilne celuloze ali linterjev se prepoji z 900 do 2.000 deli raztopine kavstične sode, jake 18 odstotkov, pri 15 do 18°C, in pusti zmes stati 3 do 34 ur. Potem se masa slisne na 300 delov, če gre za sulfilno pulpo, in na 340 delov, če gre za linterje, in zdrobi ročno ali v pripravnem aparatu, na primer v hlajenem aparatu za drobljenje. Neposredno ali kmalu (na primer 1 uro) po zdrobljenju, se doda 40 do 60 delov žveplo-ogljika, in zmes vzdrži več ur (na primer 4 do 12) pri 16 do 20° C, boljše ako se pri tem meša (na primer v zaprtem aparatu za gnetenje) ali giblje (na primer v bobnu za sulfidiranje). Potem se odstrani prebitek žveplo-ogljika, s tem da se la izpiha ali izsesa, in sulfidirana masa, koje teža znaša v splošnem približno 330 do 400 delov, se raztopi v 650 do 900 in če gre za linterje, celo do 1050 delih raztopine kavstične sode, močne 6.5 do 10 odstotkov. Tako dobljena raztopina viskoze se potem filtrirana kak znani način skozi bombažno volno ali goslo bombažno tkanino ali skozi oboje in oprosti plinastih mehurčkov. Neposredno nato, ali potem ko ji je bilo dovoljeno zoreti pri 15 ali 18°C krajši čas (na primer 12 ur do dva dni) ali daljši čas (na primer štiri do sedem dni), se viskoza prede na kak znani način v enem od sledečih obarjalnih kopeli:

1. žveplena kislina od 60° Bé, ali
2. žveplena kislina od 55° Bé, ali
3. raztopina 13.3 delov amonijevega sulfata v 120 delih žveplene kisline od 55 do 60° Bé, kateri je bilo dodanih 9 do 10 delov žveplene kisline od 66° Bé ali,
4. raztopina od 10 do 15 delov glukoze v 190—185 delih žveplene kisline od 55 do 60° Bé.

Temperatura koagulirajoče kopeli se vzdržuje pri 0 do 16° C, na primer pri 8° C, ali pri 4 do 8° C.

Vlakna se predejo in ravna se z njimi med in po pređenju na isti način, kakor je opisan v prejšnjem primeru.

b) Način dela je kakor pod a), z razliko, da se uporablja za raztapljanje sulfidizirane soda-celuloze raztopina kavstične sode, močna 3 do 5 odstotkov. Zato je viskoza malo gostejše tekoča.

c) Način dela je kakor pod a) ali b), razven, da se za sulfidiziranje soda-celuloze uporablja 75 ali več delov žveplo-ogljika.

d) Način dela je kakor pod a) ali b) ali c), z razliko, da se natrijeva celuloza slisne na 200 delov.

e) Način dela je kakor pod a) ali b) ali c) ali d), z razliko, da je žveplena kislina od 62 do 64° Bé, pri 8°C, uporabljena kot koagulirajoča kopel, dočim je viskoza stara 12 do 48 ur in hitrost pređenja približno 45 do 60 metrov na minuto.

Primer VI a) do e).

Način pripravljanja viskoze se razlikuje od onega, opisanega pod V a) ali b) ali c) ali d) ali e) v tem, da se dovoli soda celulozi, potem ko je iztisnjena in zdrobljena in predno je sulfidizirana, da zori 3 do 24 ur pri 16 do 20°C. Množina in koncentracija raztopine kavstične sode, ki je uporabljena za raztapljanje sulfidizirane mase, je lahko enaka oni uporabljeni v primeru V) ali malo manjša, na primer tolika, da se tvori 10 do 12 odstotna viskoza (računano od začetne celuloze).

Viskoza se predela v vlakna kakor pod V a) do e).

Primer VII a) do d).

a) 80—100 delov fino razdeljene sulfatne pulpe ali beljenega bombaža se zmeša z 920—900 deli raztopine kavstične sode, močne 8 do 10 odstotkov. Tej zmesi se doda 40 do 150 delov žveplo-ogljika in zmes se pusti pri sobni temperaturi 12 do 72 ur, boljše z neprekinjenim ali prekinjevanim mešanjem ali gnetenjem. Ta tako dobljena raztopina viskoze se filtrira na kak znani način skozi bombažno volno ali goslo bombažno tkanino ali skoz oboje in oprosti eventualnih plinastih mehurčkov. Neposredno nato, ali potem ko ji je bilo dovoljeno zoreti pri 16—18°C krajši čas (na primer 12 ur do dva dni) ali daljši čas (na primer štiri dni ali sedem dni), se viskoza prede na kak znani način v enem sledečih koagulirajočih kopeli:

1. žveplena kislina 55 do 60° Bé, ali
2. žveplena kislina 45 do 50° Bé, ali
3. raztopina 13.3 delov amonijevega sulfata v 120 delih žveplene kisline 45 do 60° Bé, kateri je bilo dodanih 7 do 9 delov žveplene kisline 66° Bé, ali
4. raztopina 10 do 15 delov glukoze v 190 do 185 delih žveplene kisline 45 do 60° Bé.

Temperatura koagulirajoče kopeli se vzdržuje pri 0 do 16° C, na primer pri 8° C ali pri 4 do 8° C.

Vlakna se predejo in z njimi se ravna kakor v prejšnjih primerih.

b) Način dela kakor pod a) z izjemo, da se viskoza pripravlja po metodi 3 v špecifikaciji št. 212865, na primer po naslednjih primerih te špecifikacije: Ia) do e) ali IIa) do c) ali IIIa) do c) ali IVa) do e) ali Va) do b) ali VIa) ali c) ali VII do VIII ali IX do X ali XII ali XIII.

c) Način dela kakor pod a) ali b), z izjemo, da se pred ali po dodatku žveplo-ogljika doda zmesi celulozne snovi z raztopino kavstične sode mala množina kakega katalizatorja, na primer 0.2 do 1 del raztopljive kromove soli ali niklove soli ali železne soli.

d) način dela kakor pod a) ali b) z razliko, da se pred dodatkom ali po dodatku žveplo-ogljika doda mala množina kakega raztopljivega peroksida, kakor 5 do 20 delov natrijevega peroksida 100 delom začetne celuloze.

Primer VIII.

100 delov sulfidne pulpe se stavi v hlajni aparat za drobljenje, ki se da hermetično zapreti, nato se doda 200 delov raztopine kavstične sode, močne 12 do 20 odstotkov, bolje v malih porcijah. Kakor hitro je masa homogena, se doda 40 do 60 delov žveplo-ogljika, na kar se aparat za drobljenje zapre. Po 4 do 8 urah se masa odstrani iz aparata za drobljenje in raztopi v 920 delih raztopine kavstične sode, močne 6.15 odstotkov, pri čemur je teža sulfidizirane mase 330 delov. Konečna viskoza vsebuje 8 odstotkov začetne celuloze.

Ta viskoza se filtrira in prede in z vlakni se ravna kakor v prejšnjih primerih.

Primeri za proizvodnjo umetnosvilene prediva sledijo avtomatično iz gornjih primerov.

Po gornjih primerih je mogoče pridobiti umetno svilo ali umetnosvileno predivo, katera ima precej večjo trdnost v suhem ali mokrem stanju kakor svila, preden pod istimi pogoji predenja, ampak s pomočjo kemikalij, običajnih pri pridobivanju umetne svile, na primer z uporabo kake znane obarjalne kopeli.

Na primer po tej iznajdbi ni težko napraviti umetno svilo, ki ima v suhem stanju trdnost od več kakor 2 grama na denier, celo več kakor 3 grame na denier, na primer 3 do 4 grame na denier in več, in v mokrem stanju trdnost 1.5 do 2.5 grama na denier in več.

V gornjih primerih se more za pripravljanje viskoze mesto lesne pulpe uporabljati beljen bombaž, ali celuloza, obdelana v mrazem ali vročem stanju z razredčenimi kislinami, na primer s solno ali žvepleno kislino, v kratkem katerakoli vrsta celuloznih

snovi, katera se pri fabricaciji viskoze uporablja ali je za isto predlagana.

Umetna vlakna izvršnih lastnosti se lahko dobe na način, ki je podoben onemu, ki je v gornjih primerih opisan, ako se žveplena kislina v obarjalni kopeli deloma ali vsa nadomesti z drugo jako mineralno kislino, tako na primer, kako močno solotvorno kislino, recimo solno kislino, jako na primer 25 do 40 odstotkov, ali solitvorno kislino, na primer tako, ki vsebuje 60—90 odstotkov HNO_3 , ali fosforno kislino, na primer 1.5—1.86 specifične teže, ali arzenovo kislino, na primer tako, ki vsebuje 60 do 90 odstotkov H_3AsO_4 .

Izraz „umetno vlakno“ v opisu in zahtevih je namenjen, da pomeni: umetna vlakna in vlakna vsake vrste, na primer umetno svilo, umetnosvileno predivo, umetni bombaž, umetno volno, umetne lase in trakovno slamo vsake vrste.

Izraz „alkalna celuloza, katera je bila v kratkem zorjana“ pomeni bodisi alkalno celulozo, napravljeno iz normalne komercialne celuloze tipa, kateri se običajno nameni za fabricacijo viskoze, katere alkalna celuloza je bila zorjena v štadiju mercurizacije krajši čas, kakor je običajen pri fabricaciji viskoze (to je manj kakor 36 ur pri temperaturi 15—22°C), ali alkalno celulozo, v kateri je bila sprememba celuloze, katera je značilna za učinek zorenja, držana pod ono prakse, normalne pri pridobivanju svile, s sredstvi, ki so ekvivalentna kratkemu času zorenja, kakor potom omejevanja kakega katalitičnega delovanja, znižanja temperature ali odbranja posebnega tipa celuloze. Ta sredstva so v praksi dobro znana.

Navedbe v opisu in zahtevih se nanašajo na težinske odstotke.

Patentni zahtevi:

1. Izdelava umetnih vlaken velike trdnosti v suhem stanju, presegajoče 2 grama na denier, iz viskoze, označen s tem, da se viskoza spravi v obliko umetnega vlakna in se pusti delovati na tako oblikovano viskozo žveplena kislina, jaka ne manj kot približno 55 odstotkov, ali tekočina, vsebujoča ne manj kot približno 55 odstotkov H_2SO_4 .

2. Izdelava umetnih vlaken velike trdnosti v suhem stanju, presegajoče 2 grama na denier, označena s tem, da se pusti viskoza vstopati skozi primerno oblikovane odprine v kopel iz tekočine, vsebujoče na manj kot približno 55 odstotkov H_2SO_4 .

3. Izdelava po zahtevu 1 ali 2, označena s tem, da je bila uporabljena visko-

