

DIE
KÜNSTLICHE SEIDE

IHRE HERSTELLUNG UND VERWENDUNG

MIT BESONDERER BERÜCKSICHTIGUNG
DER PATENT-LITERATUR BEARBEITET

VON

DR. K. SÜVERN

GEH. REGIERUNGSRAT

FÜNFTE
STARK VERMEHRTE AUFLAGE

UNTER MITARBEIT VON
DR. H. FREDERKING

MIT 634 TEXTFIGUREN



BERLIN
VERLAG VON JULIUS SPRINGER
1926

ISBN-13: 978-3-642-89311-7
DOI: 10.1007/978-3-642-91167-5

e-ISBN-13: 978-3-642-91167-5

**ALLE RECHTE, INSBESONDERE DAS DER ÜBERSETZUNG
IN FREMDE SPRACHEN, VORBEHALTEN.
COPYRIGHT 1926 BY JULIUS SPRINGER IN BERLIN.**

Softcover reprint of the hardcover 5th edition 1926

Vorwort zur fünften Auflage.

Auch für die neue Auflage war so viel Neues, fast die doppelte Anzahl der in der Auflage von 1921 behandelten Patente zu berücksichtigen, daß, um eine bis Ende 1925 gehende möglichst erschöpfende Übersicht über das Patentgebiet zu geben und den Umfang des Buches nicht zu groß werden zu lassen, von dem Inhalt der letzten Auflage der Abschnitt über Eigenschaften und Untersuchung der Kunstseiden sowie über das Färben fortfallen mußte. Über Eigenschaften und Untersuchung der künstlichen Seiden liegen gute Spezialwerke vor, und die Patentliteratur über das Färben ist, nachdem die Färberei der Acetatseide die interessierten Kreise lebhaft beschäftigt, so umfangreich geworden, daß von ihrer Behandlung abgesehen werden mußte. An der Einteilung des Stoffes ist nichts geändert; besonders eingehend war das Sachverzeichnis zu bearbeiten, um eine rasche Orientierung zu erleichtern.

Berlin-Lichterfelde-West, August 1926.

K. Süvern.

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
I. Die Herstellung der künstlichen Seide	1
a) Die Herstellung künstlicher Seide aus nitrirter Zellulose	1
Verfahren und Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Seide aus Nitrozellulose im allgemeinen	1
Nach H. de Chardonnet	2
Nach Gérard	16
Nach du Vivier	17
Nach Lehner	21
Nach Petit	29
Nach Sénéchal de la Grange	29
Nach Valette	29
Nach Turgard	29
Nach Cazeneuve	30
Nach Gorrand	30
Nach Germain	31
Nach Cahen	31
Nach Shrager-Lance	32
Nach Société La Setaoid	33
Nach Lilienfeld	34
Nach Kazuta Kishi	34
Nach Cadoret	35
Nach Duclaux	36
Nach Delpesch	37
Nach Bindschedler und Juer	37
Nach Tubize Artificial Silk Co. of America	38
Nach Berl	38
Vorbehandlung von Zellulose für die Nitrierung, Herstellung von Nitrozellulose für künstliche Seide, Behandlung der Nitrozellulose	40
Nach Berl	40
Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.	41
Nach Société anonyme de produits chimiques de Droogenbosch	41
Nach Douge	42
Nach Stoerk	42
Nach Lacroix	43
Nach Dietl	43
Nach Kunstfäden-Gesellschaft m. b. H.	44
Nach Chandelon	44
Herstellung der Nitrozelluloselösung, besondere Lösungsmittel, Filtrieren des Kollodiums	45
Nach Bronnert und Schlumberger	45
Nach Duquesnoy	46
Nach Fabrique de soie artificielle de Tubize	47
Nach Huwart	48
Nach Sauverzac	48
Nach Strehlenert	48
Nach Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils	49
Nach Duclaux	50
Nach Massmann	51

	Seite
Nach Société anonyme des plaques et papiers photographiques	
A. Lumière et ses fils	51
Nach Denis	52
Nach Köln-Rottweil Akt.-Ges.	53
Nach Carlssen und Thall	54
Nach The Nitrogen Corporation	54
Nach Brégeat	57
Verfahren und Einrichtungen zum Verspinnen von Nitrozelluloselösungen, besondere Art der Fadenbildung, Spulen, Zwirnen	57
Nach Mertz	57
Nach Oberlé und Newbold	58
Nach Breuer	58
Nach Crespin	59
Nach Société anonyme des plaques et papiers photographiques	
A. Lumière et ses fils	59
Nach Desmarais, Morane und Denis	61
Nach Morane	65
Nach La soie de Basècles société anonyme	67
Nach Dryen	70
Nach Denis	73
Nach Boullier	79
Nach Boullier und Lafais	79
Nach Bouillot	80
Nach Vittenet	81
Nach Cordonnier-Wibaux	82
Nach Fivé	83
Nach Société anonyme des Celluloses Planchon	83
Nach Krafft	85
Nach Société anonyme des plaques et papiers photographiques	
A. Lumière et ses fils	86
Nach Sauverzac	88
Nach Loewe	88
Nach Cahen	91
Nach Denis	92
Nach H. de Chardonnet	98
Nach Berl und Isler	107
Nach Fabrique de Soie Artificielle d'Obourg und Denis	108
Nach Dryen	111
Nach de Coma	113
Nach Delpech	116
Verfahren und Einrichtungen zum Denitrieren, Unverbrenlichmachen und sonstiger Nachbehandlung künstlicher Seide aus Nitrozellulose	116
Nach Turgard	116
Nach Knöfler	117
Nach Richter	118
Nach Compagnie de la soie de Beaulieu	121
Nach Bernstein	123
Nach Société anonyme pour l'étude industrielle de la soie Serret	126
Nach Germain	126
Nach Plaisetty	126
Nach Wislicki	127
Nach Loncle und Chartrey	128
Nach H. de Chardonnet	129
Nach Delpech	131
Verfahren und Einrichtungen zur Wiedergewinnung der bei der Herstellung künstlicher Seide aus Nitrozellulose verwendeten Lösungsmittel, sonstiger Chemikalien und Filterstoffe, Abwasserreinigung	132
Nach Denis	132
Nach Dervin	137

	Seite
Nach Société J. Jean & Cie. und G. Raverat	139
Nach Douge.	139
Nach Aurenque	140
Nach Bouchaud-Praceiq	140
Nach Vittenet	143
Nach Bucquet	146
Nach Diamanti und Lambert	146
Nach Société l'air liquide	148
Nach Crépelle-Fontaine	150
Nach Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize.	150
Nach A. de Chardonnet	151
Nach Société pour la fabrication en Italie de la soie artificielle par le procédé de Chardonnet	153
Nach Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet	154
Nach Fournaud	154
Nach Sauverzac	155
Nach Wohl	155
Nach Chandelon	155
Nach Duclaux	156
Nach Delpech	157
Nach Bergé	158
Nach Lointier	158
Nach Denis und Barbelenet	158
Nach Frischer	162
Nach Barbet et fils et Cie.	163
Nach Soc. Bouchayer und Paris.	164
Nach Kniffen	164
Nach Porsch	164
Nach Craig, Robertson und Drummond	165
Nach Lehner	165
Nach Herrmann	167
Nach Brégeat	168
Nach Soc. La Soie Artificielle Française de Rennes	172
Nach Lebourveau und Taylor	173
Nach Bindschedler	173
Nach Levy	173
Nach Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer u. Co.	174
Nach Coggeshall und Rector	174
Nach Goerz Photochemische Werke	174
Nach Sadtler	176
Nach Vincent	176
Nach Bataille	176
Nach Bernot und Fournier	177
Nach Berl.	177
Nach Allen	179
Nach Claessen	179
Nach Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet	180
Nach Société anonyme hongroise pour la fabrication de la soie de Char- donnet	180
Nach Bassett	181
Nach Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize	181
b) Die Herstellung künstlicher Seide aus nicht nitrierten pflanzlichen Ausgangsstoffen	181
1. Aus Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak	182
Verfahren und Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Seide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen im allgemeinen	182
Nach Despauis	182
Nach Pauly (Bronnert, Fremery und Urban)	183
Nach Bronnert, Fremery und Urban.	185

	Seite
Nach Vereinigte Glanzstofffabriken Akt.-Ges.	186
Nach Thiele	191
Nach Uebel	195
Nach Thiele und Linkmeyer	196
Nach Linkmeyer	197
Nach Société générale de la soie artificielle Linkmeyer	198
Nach Linkmeyer und Pollak	202
Nach Friedrich	203
Nach Mertz	204
Nach Kracht	204
Nach Bernstein	204
Nach Dreaper	205
Nach Berenguer	205
Nach Foltzer	205
Nach Follet und Ditzler	208
Nach J. P. Bemberg Akt.-Ges.	210
Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.	224
Nach Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H.	226
Nach Bechtel	231
Nach Glanzfäden-Akt.-Ges.	231
Nach Ditzler	232
Nach Eck	233
Nach Schreiner	236
Nach Kitsee	237
Nach Lauffs	237
Nach Wagner und Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges.	243
Nach Hoelkenseide G. m. b. H. und Hoelken	243
Nach „Cuprum“ Akt.-Ges.	252
Vorbereitung von Zellulose für das Auflösen in Kupferoxydammoniaklösung	254
Nach Fremery und Urban	254
Nach Fremery, Urban und Bronnert.	255
Nach Foltzer	255
Nach Crumière.	256
Nach Schäfer	257
Nach Müller und Wolff.	257
Nach Kraus und Waentig	257
Nach Schröder.	258
Herstellung von Kupferoxydammoniaklösung und Kupferhydroxyd- zellulose	260
Nach Bronnert, Fremery und Urban.	260
Nach Prud'homme	261
Nach Lecoeur	261
Nach Société anonyme „Le Crinoid“.	262
Nach Mertz	263
Nach Société anonyme la soie nouvelle.	263
Nach Schaefer	263
Nach Glanzfäden-Akt.-Ges.	264
Nach British Cellulose Syndicate Ltd. und Mertz	265
Nach Chemische Fabrik Bettenhausen Marquart & Schulz	266
Nach Foltzer	266
Nach Bernstein	267
Nach Bronnert.	268
Nach Bemberg.	269
Nach Mahler.	271
Nach Spence & Sons Ltd.	272
Nach Wassermann	274
Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösung	275
Nach Société générale pour la fabrication des matières plastiques	275
Nach Langhans	277

	Seite
Nach Linkmeyer und Société générale de la soie artificielle Linkmeyer	278
Nach Friedrich	282
Nach Glanzfäden-Akt.-Ges.	284
Nach Guadagni	290
Nach Pawlikowski	292
Nach Follet und Ditzler	293
Nach Boucquey	295
Nach Hömberg	295
Nach Wetzel	296
Nach Rheinische Kunstseide-Fabrik Akt.-Ges.	296
Nach Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H.	297
Nach Eck	300
Nach Compagnie française des applications de la cellulose	302
Nach Traube	303
Nach de Haën	304
Nach Société La Soie Artificielle du Nord	305
Nach Spence & Sons Ltd.	306
Nach Borzykowski	307
Nach O. Müller	307
Nach Kitsee	308
Nach Maschinenbau-Anstalt Humboldt	309
Nach Feith und Ziegler	310
Nach Bemberg	310
Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösung durch hauptsächlich saure Mittel	311
Nach Bronnert, Fremery und Urban	311
Nach Foltzer und Weiss	312
Nach Société anonyme „La soie nouvelle“	312
Nach Boucquey	313
Nach Lecoeur	313
Nach Friedrich	313
Nach Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H.	314
Nach Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges. und Wagner	315
Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen durch hauptsächlich alkalische Mittel	316
Nach Linkmeyer und Société générale de la soie artificielle Linkmeyer	316
Nach Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning	318
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	319
Nach Müller	327
Nach Société dite „La soie artificielle“	327
Nach Cuntz	327
Nach Lecoeur	328
Nach Dreaper	328
Nach Société anonyme „Le Crinoid“	329
Nach Friedrich	329
Nach Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H.	331
Nach Hömberg	333
Nach Eck	334
Nach Compagnie Française des Applications de la Cellulose	335
Nach Pawlikowski	337
Nach Delpech	338
Nach Legrand	339
Nach de Haën	341
Nach Glanzfäden-Akt.-Ges.	342
Nach Zellstoff-Verwertungs-A.-G. und Wagner	345
Nachbehandlung aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen gefällter Fäden, Waschen, Trocknen, Zwirnen	345
Nach Crumière	345
Nach Fremery und Urban	346

	Seite
Nach Foltzer	347
Nach Bernstein	349
Nach Fremery und Urban	349
Nach Linkmeyer und Pollak	351
Nach Linkmeyer	351
Nach Thiele	352
Nach Pawlikowski	353
Nach Linkmeyer	355
Nach Spence & Sons	355
Wiedergewinnung der bei der Herstellung künstlicher Seide aus Kupfer- oxydammoniakzelluloselösungen verwendeten Chemikalien	356
Nach Société générale de la soie artificielle Linkmeyer	356
Nach Cuntz	357
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken-A.-G.	357
Nach J. P. Bemberg Akt.-Ges.	360
2. Aus Lösungen von Zellulose in Chlorzinklösung	361
Nach Bronnert.	361
Nach Dreaper und Tompkins	364
Nach Tompkins und Crombie	365
Nach Werner	366
Nach Dreaper	366
Nach Müller und Wolf	367
Nach Ogawa, Okubo und Murata	367
3. Aus Viskose	367
Herstellung und Behandlung der zur Erzeugung künstlicher Seide dienenden Viskose	367
Nach Cross, Bevan und Beadle	367
Nach Cross	369
Nach Cross und Bevan	371
Nach Viscose Syndicate Ltd.	371
Nach Société française de la Viscose.	372
Nach Continentale Viscose Compagnie G. m. b. H.	377
Nach Vereinigte Kunstseide-Fabriken Akt.-Ges.	378
Nach J. P. Bemberg A.-G.	381
Nach Waddell	382
Nach Leclair	383
Nach Lyncke	383
Nach Pellerin	384
Nach Lilienfeld	384
Nach Becker.	388
Nach Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet	389
Nach Burette	391
Nach Bernstein	392
Nach Courtaulds Ltd., Glover und Wilson	392
Nach Courtaulds Ltd. und Wilson.	394
Nach Société anonyme Soie de St. Chamond	395
Nach Linkmeyer und Hoyer mann	395
Nach Linkmeyer	396
Nach Thilmany	400
Nach Pulverfabrik Skodawerke-Wetzler A.-G.	401
Nach Müller.	403
Nach Borzykowski	403
Nach Dreaper	406
Nach Dreyfus	407
Nach Plauson	408
Nach Gustafson	408
Nach Mitscherling	408
Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek	409
Nach Delahaye	410

	Seite
Nach Herminghaus & Co. G. m. b. H.	411
Nach Technochemia Akt.-Ges.	411
Nach Ditman	412
Nach Stevenson	412
Nach Schülke	412
Nach Huttinger	413
Nach Dispersoid Syndicate Ltd.	413
Nach Deutsche Gasglühlicht-Auergesellschaft	414
Nach Bader, Eggert und Wagner	415
Nach Bronnert.	415
Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek	415
Nach Kempster.	415
Nach Maschinenbau-Anstalt Humboldt	416
Verfahren zur Reinigung der Zellulose, zur Herstellung von Alkali-	
zellulose und zur Aufarbeitung der dabei abfallenden Laugen	417
Nach Girard.	417
Nach La Soie Artificielle	418
Nach Bronnert.	419
Nach Technochemia A.-G.	420
Nach Schülke	420
Nach Lilienfeld	420
Nach Schwarzkopf	421
Nach Stulemeyer.	422
Nach Budde.	423
Nach Herminghaus u. Co.	424
Nach Kämpf	425
Nach Kempster.	426
Nach Venter.	428
Nach Deutsche Gasglühlicht-Auergesellschaft	430
Nach Pinel	433
Nach Seel	433
Nach Hawlik und Sindl	433
Nach La soie artificielle	434
Nach Küttner	435
Nach Küttner, Profeld und Sidler	436
Nach Küttner und Profeld	437
Nach Sidler, Steude und Küttner	437
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	438
Nach Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation	439
Nach d'Ans und Chemische Werke vorm. Auergesellschaft	439
Nach La Soie de Chatillon	440
Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Zellulosexanthogenat	
(Viskose) im allgemeinen	440
Nach Stearn.	440
Nach Stearn und Woodley	442
Nach Stearn.	442
Nach Vereinigte Kunstseide-Fabriken A.-G.	443
Nach Henckel von Donnersmarck	445
Nach Ernst	447
Nach Pissarev	448
Nach Société française de la Viscose.	448
Nach Müller.	448
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	450
Nach Bronnert.	458
Nach Société Pinel frères	473
Nach Waite	473
Nach Chavassieu.	474
Nach Brandenberger	474
Nach Lilienfeld	475
Nach Boisson	475

	Seite
Nach Chemische Fabrik von Heyden Akt.-Ges.	476
Nach Küttner	481
Nach Leduc, Jacquemin und der Société anonyme des Soieries de Maransart	483
Nach Steimmig	484
Nach Borzykowski	487
Nach Lacroix	489
Nach Petit	489
Nach Verhave	490
Nach Silkin Kunstseideindustrie G. m. b. H.	491
Nach Lange und Walther.	492
Nach Société anonyme des Celluloses Planchon	494
Nach Société anonyme Française Kodak	494
Nach Biroli	495
Nach Hartogs	495
Nach Schadee	496
Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek	497
Nach Deutsche Zellstoff-Textilwerke G. m. b. H.	498
Nach Jentgen	499
Nach Glanzfäden-Akt.-Ges.	500
Nach Kämpf (Glanzfäden-Akt.-Ges.)	505
Nach Kämpf	506
Nach Zellstofffabrik Waldhof und Hottenroth	507
Nach Müller und Voss	508
Nach Müller.	510
Nach Bouillon und Worms	513
Nach Huttinger und Rittenhouse	513
Nach Huttinger	513
Nach Luft.	514
Nach Voss	514
Nach Courtaulds Ltd.	515
Nach Courtaulds Ltd. und Callimachi	519
Nach Linkmeyer	520
Nach Technochemia Aktiengesellschaft	522
Nach Snia Viscosa	523
Nach Schülke	523
Nach Gustafson	523
Nach Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning	523
Nach Fabrique de Soie Artificielle de Tubize	525
Nach Société Allègre, Mondon et Cie.	525
Nach Köln-Rottweil Akt.-Ges.	526
Nach Società Seta Artificiale di Padova	526
Nach Kohorn und Perl.	526
Nach Dreaper	527
Nach Neumann	528
Nach Stafa Aktiengesellschaft	528
Nach van Bergen	530
Nach Spinnstoff-Fabrik Zehlendorf G. m. b. H.	531
Nach Moriondi	531
Nach Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation.	532
Nach Shrager und Lance	534
Nach Leaver.	534
Nach Faust	534
Nach Erste Böhmisches Kunstseidefabrik A.-G.	535
Nach Société La Cellophane	535
Nach Société anonyme La Soie de Compiègne	535
Besondere mechanische Einrichtungen für die Herstellung von Viskose- seide	536
Nach Société française de la Viscose.	536
Nach Ernst	541

	Seite
Nach Waddell und Pettit.	542
Nach Courtauld & Co., Tetley und Clayton.	544
Nach Henckel von Donnersmarck	550
Nach Société générale de soie artificielle par le procédé viscosé	553
Nach Leclair	556
Nach Lequeux.	560
Nach Catala.	560
Nach Denis	560
Nach Stulemeyer.	565
Nach Sinclair	565
Nach Prims	566
Nach Moriondi.	566
Nach Frankl.	567
Nachbehandlung von Viskoseseide, Waschen, Bleichen, Spulen, Zwirnen, Chemikalienwiedergewinnung, Reinigung der Abgase	567
Nach Ernst	567
Nach Waddell	568
Nach Waite	568
Nach Société française de la viscosé	569
Nach Henckel von Donnersmarck	571
Nach Courtaulds Ltd.	574
Nach Luft.	575
Nach Bronnert.	575
Nach Voß.	576
Nach Schwalbe	577
Nach Schülke	578
Nach Kämpf	578
Nach Herminghaus, Hesse und Rathert	580
Nach Glanzfäden Akt.-Ges.	584
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	586
4. Aus Lösungen von Zellulosehydrat in Ätzalkali	587
Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.	587
Nach Lilienfeld.	588
5. Aus Zellulosefettsäureestern und -äthern	589
Nach Mork, Little und Walker	589
Nach Mork	589
Nach Mork und Coffin	590
Nach Lederer	590
Nach Fürst Donnersmarck	593
Nach Internationale Zelluloseester-Gesellschaft m. b. H.	595
Nach Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer u. Co.	596
Nach Balthasar und Viola	602
Nach Knoll u. Co.	602
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	609
Nach Dreyfus und Schneeberger	610
Nach Dreyfus	610
Nach British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd. u. Mitar- beitern	614
Nach Wohl	616
Nach Chemische Fabrik von Heyden A.-G.	617
Nach Dammann	617
Nach Vieweg	618
Nach Lilienfeld	618
Nach Beatty.	621
Nach Badische Anilin- und Soda-Fabrik	621
Nach Zdanowich.	621
Nach Jellinek	623
Nach Pollack	624

	Seite
Nach Duclaux	624
Nach Bouffe	625
Nach The Nitrogen Corporation	625
Nach Stevenson	625
Nach Meigs	626
Nach Société anonyme: La Verre Souple (Brevets Millots)	626
Nach Levy	626
Nach Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“	627
Nach Société Chimique des Usines du Rhone	634
Nach Basset und Banigan	635
Nach Courtaulds Ltd. und Mitarbeitern	635
Nach Bindschedler und Juer	636
Nach Fabrique de Soie Artificielle de Tubize	636
6. Aus Lösungen von Zellulose in konzentrierten Salz- lösungen	637
Nach Beck	637
e) Die Herstellung künstlicher Seide aus Stoffen tierischen Ursprungs, Eiweißkörpern, den Bestandteilen natürlicher Seide u. dgl., Pflanzen- schleimen, Kunstharzen, Kautschuk	638
Nach Millar	638
Nach Mugnier	644
Nach Todtenhaupt	646
Nach Jannin	650
Nach Société anonyme pour l'étude industrielle de la soie Serret	650
Nach Chatelineau und Fleury	650
Nach Timpe	651
Nach Bernstein	653
Nach Helbronner und Vallée	653
Nach Follet und Ditzler	655
Nach Boistesselin und Gay	656
Nach Baumann und Diesser	656
Nach Brosse	659
Nach Diesser	659
Nach N. V. Hollandsche Zyde Maatschappy	661
Nach Fuchs	662
Nach Lance	663
Nach Galibert	663
Nach Ubertin	665
Nach Sarason	665
Nach Chemische Fabrik Griesheim-Elektron	666
Nach Ostenberg	667
Nach Löffler	667
d) Auf die Herstellung künstlicher Seide bezügliche, allgemeiner An- wendung fähige Verfahren und Einrichtungen	668
Vorbehandlung von Zellulose für die Kunstseideherstellung, besondere Zelu- losearten	669
Nach Glum	669
Nach Opfermann, Friedemann und Akt.-Ges. für Maschinenpapier- fabrikation	670
Nach Gocher Ölmühle	671
Nach Weertz	672
Nach Krause	673
Nach Davoine	673
Nach Verein für Chem. Industrie	673
Nach Roederer	676
Nach Müller	676
Nach Opfermann	677

	Seite
Besondere Lösungsmittel für Zellulose, Reinigen von Zellulosepräparaten,	
Herstellung von Zelluloselösungen	679
Nach Langhans	679
Nach Hofmann	682
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges.	684
Nach Berl.	684
Nach Willstätter	686
Nach v. Weimarn	687
Nach Zellstoffabrik Waldhof und Hottenroth	690
Nach International Cellulose Company	692
Nach Ostenberg	693
Nach Elektro-Osmose, Akt.-Ges.	664
Nach Thomson	695
Nach Clayton, Huebner und Williams	695
Nach Fürst	696
Nach Mitscherling	696
Nach Badische Anilin- und Soda-Fabrik	696
Nach Lilienfeld	697
Nach Classen	697
Filtrier- und Entlüftungseinrichtungen für die Spinnlösung	698
Nach Rheinische Kunstseide-Fabrik Akt.-Ges.	698
Nach La Soie de Basècles	699
Nach Boisson	701
Nach Hartogs	702
Nach Bernstein	704
Nach Thilmany	704
Nach Société anonyme des Celluloses Planchon	705
Nach Schülke	705
Nach Worms	706
Nach Hoelkenseide G. m. b. H.	706
Nach Dreaper	707
Nach Fabrique de Soie Artificielle de Tubize	708
Zuführung der Lösung zu der Spinndüse, Titerpumpen	709
Nach Topham	709
Nach Küttner und Sidler	710
Nach Juer	712
Nach Küttner	713
Nach Sandoz	714
Nach Hillebrand	716
Nach Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H.	718
Nach Pinel	719
Nach Seibel	721
Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek	723
Nach Hoelken	723
Nach Wiskeman	724
Nach Courtaulds Ltd. und Topham	724
Spinndüsen, ihre Herstellung und Reinigung.	726
Nach Nobels Sterbhus	726
Nach Bernstein	726
Nach Reents und Eilfeld	728
Nach Woegerer	731
Nach Gebr. Franke und O. Müller	731
Nach Guadagni	731
Nach Latapie	732
Nach Boisson	732
Nach Buffard	733
Nach Burill	734
Nach Girard und Buffard	735

	Seite
Nach Criggall	735
Nach Laroche	736
Nach Glanzfäden Akt.-Ges.	737
Nach Courtaulds Ltd. und Criggall	737
Nach Denis	737
Nach Köln-Rottweil Akt.-Ges.	739
Nach Kaempf	740
Nach Sudenburger Maschinenfabrik und Eisengießerei, Akt.-Ges.	740
Nach Kühnel	742
Nach Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation	742
Nach Ohlson	744
Nach Dreyfus und Leonard	744
Nach Schröder	744
Nach Hartogs	746
Nach Levy	748
Nach Schülke	748
Spinnverfahren und Spinnvorrichtungen	749
Nach Strehlenert	749
Nach Thiele	758
Nach Cochius	761
Nach Société générale de la soie artificielle Linkmeyer	763
Nach Hömberg	764
Nach Ryon und Waite	765
Nach Cooley	765
Nach Granquist	768
Nach Gocher Ölmühle	769
Nach Mertz	772
Nach Friedrich	773
Nach Leclair	774
Nach Linkmeyer	775
Nach Cuntz	780
Nach Dreaper	781
Nach Chandelon	782
Nach Crombie	782
Nach Crombie und Schubert	783
Nach Borzykowski	783
Nach Hartogs	787
Nach Hübner	791
Nach Elsässer	792
Nach Müller und Gebr. Franke	792
Nach Pellerin	793
Nach Ping und Schubert	795
Nach Mewes	796
Nach Whritner	797
Nach Althouse	797
Nach Thilmany	798
Nach Gebr. Aschaffenburg, Chr. Dierig G. m. b. H. und Feldmühle, Papier- und Zellstoffwerke A.-G.	799
Nach Fahrenheim	800
Nach Claviez	800
Nach Kitsee	801
Nach Jentgen	801
Nach Worms	802
Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek	802
Nach Dynamit Akt.-Ges. vorm. A. Nobel & Co. und Medenwald	804
Nach Chemische Werke vorm. Auergesellschaft m. b. H.	805
Nach Hooper	807
Nach Société Lyonnaise De Soie Artificielle	808
Nach de* Winther-Havenith	808
Nach Kohorn & Lehner	809

	Seite
Zentrifugenspinnmaschinen	809
Nach Topham	809
Nach Mancelin	812
Nach Courtaulds Ltd. und Clayton	813
Nach Clayton	816
Nach Martin und Vennin	820
Nach Villan und La Soie artificielle du Nord	821
Nach Dubot	822
Nach Haubold	822
Nach Siemens-Schuckertwerke G. m. b. H.	826
Nach Grunert und Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges.	827
Nach Ramesohl & Schmidt, Akt.-Ges. und Schmitz	830
Nach von Bezold und Glafey	832
Nach Hartogs	834
Nach Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges. und Wagner	834
Nach Dreaper	835
Nach Düsseldorf-Ratinger Maschinen- u. Apparatebau-A.-G. und Wurtz	837
Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek	838
Nach Berlin-Karlsruher Industrie-Werke Akt.-Ges.	839
Nach Sindl	840
Nach Greenwood and Batley Ltd. und Holt	840
Fadenbildung durch Ausschleudern der Spinnlösung aus Düsen oder von Spitzen	841
Nach Mewes	841
Nach Hooper	844
Nach Düsseldorf-Ratinger Maschinen- u. Apparatebau-A.-G. und Wurtz	845
Die Herstellung hohler Kunstfäden	849
Nach Hartogs	849
Nach Courtaulds Ltd. und Wilson	851
Nach Nagy	851
Nach Drut	852
Nach Rousset	853
Nach Société Alsa	857
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	857
Aufwickel-, Zwirn- und Abspulverfahren und -vorrichtungen, Spinn- spulen und -walzen, Haspel, Fitzen	859
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	859
Nach Girard	864
Nach Manquat	865
Nach Société anonyme des Celluloses Planchon	867
Nach Rheinische Kunstseide-Fabrik Akt.-Ges.	869
Nach Mertz	871
Nach Fougeirol	872
Nach Fox und Myers	872
Nach Vereinigte Köln-Rottweiler Pulverfabriken	873
Nach Küttner	875
Nach Furness	876
Nach Hartogs	877
Nach Bader	877
Nach Dreaper	878
Nach Kaufmann und Sinkwitz	882
Nach Worms	887
Nach Boyd	888
Nach Société anonyme Fabrique de Soie artificielle de Tubize	888
Nach Donagemma, Tolini, Valentini und Micozzi	888
Spulen und Walzen, Spulenbefestigung und -antrieb	889
Nach Röhrens	889
Nach Burill	889

	Seite
Nach Küttner	889
Nach Adolff	890
Nach Manquat	890
Nach Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges.	890
Nach Küttner und Sinkwitz	891
Nach Schultze und Schülke	895
Nach Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H.	895
Nach Chemische Werke vorm. Auergesellschaft m. b. H.	896
Nach Chartron	897
Nach Società Metallurgica Italiana	897
Nach Kuhn	897
Nach Renaudin und Cusin	902
Nach Metallhütte Baer & Co.	902
Nach Küttner, Hillringhaus und Fuchs	903
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	907
Haspel und Haspelantrieb	909
Nach Dinger	909
Nach Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize	910
Nach Weertz	910
Nach Güdelhöfer	911
Nach Lauffs	912
Nach Bemberg	916
Nach Società Italiana Lavorazioni Meccaniche	918
Nach Hoelkenseide G. m. b. H.	918
Waschen und Trocknen von Kunstfäden, Entfernung der Knötchen	922
Nach Friedrich	922
Nach Gocher Ölmühle	924
Nach Henckel von Donnersmarck	925
Nach Küttner	928
Nach Courtaulds und Clayton	936
Nach Clayton	937
Nach Lehner	938
Nach Schülke	939
Nach Linnemann	940
Nach Pinel	941
Nach Kämpf	943
Nach Herminghaus & Co. G. m. b. H.	945
Nach Actiengesellschaft für Anilinfabrikation	949
Nach Kaufmann und Sinkwitz	950
Nach Bemberg	951
Nach Kohorn & Co. und Ropposch	951
Nach Borzykowski	954
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	954
Nach Dreaper	956
Nach Converse	957
Nach Schröder	957
Weitere Nachbehandlung von Kunstfäden, Wasserfestmachen, Pergamentieren, Entglänzen, Undurchsichtigmachen, Beschweren, Appretieren, Kräuseln, Mercerisieren, Vorbehandeln für das Spinnen	959
Nach Bardy	959
Nach Eschaliér	959
Nach Karplus	962
Nach Friedrich	965
Nach Gebauer	966
Nach Bourgeois, Nieuviarts und de Clercq	967
Nach Société La Soie artificielle	968
Nach Chesnais	968
Nach Fessmann	969
Nach Meyer	970

	Seite
Nach Moeller	970
Nach Société „La Soie Artificielle de la Voulte“	971
Nach Société industrielle pour l'application de Brevets et Procédés	972
Nach Courtaulds Ltd., Napper und Diamond	972
Nach Rothband und Mandleberg	972
Nach Textilausrüstungs-Gesellschaft m. b. H.	973
Nach Hawlik	973
Nach Borzykowski	974
Nach Wagner	975
Nach Culp	976
Nach Deutsche Gasglühlicht-Akt.-Ges.	977
Nach Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H. †	979
Nach Forest	980
Nach Compagnie française des applications de la cellulose	980
Nach Hübner	980
Nach Friedel	981
Nach Courtaulds Ltd. und Linfoot	981
Nach Conley und Stillwell	981
Nach Synder	981
Nach British Celanese Ltd., Ryley, Palmer und Welch	982
Nach Perreyron	982
Nach Dean	982
Nach Schmid	982
Nach Lauffs	983
Nach Wünschmann	984
Nach Lauffs	984
Nach Courtaulds Ltd.	985
Nach Paverin Akt.-Ges.	988
Nach Calico Printers' Association Ltd. und Roberts	989
Nach Köln-Rottweil Akt.-Ges.	989
Nach Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“	991
Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek	992
Nach Cross und Viscose Development Co. Ltd.	993
Nach Dreaper	993
Nach Merckens	994
Nach Lavaud	994
e) Die Herstellung künstlichen Roßhaares, künstlichen Haares, künstlicher Borsten u. dgl.	994
Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.	994
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	997
Nach Waite	1001
Nach Henckel von Donnersmarck	1001
Nach Dreaper und Tompkins	1003
Nach Brugisser & Co.	1003
Nach Schaumann und Larsson	1004
Nach Diamanti und Champion	1004
Nach Lecoœur	1004
Nach Crumière	1005
Nach Jannin	1005
Nach Borzykowski	1008
Nach Société anonyme des Celluloses Planchon	1008
Nach Galibert	1009
Nach Gyger	1009
Nach Dreyfus	1010
f) Die Herstellung rohseideartiger Kunstseide	1010
Nach Dreaper	1010
g) Die Herstellung künstlichen Hanfbastes, künstlichen Strohes u. dgl.	1010
Nach Vereinigte Kunstseidefabriken Akt.-Ges.	1010
Nach Girard	1012

	Seite
Nach Brandenberger	1012
Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.	1013
Nach Mann	1014
Nach La Cellophane	1014
Nach Hartogs	1015
Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek	1017
Nach Herminghaus u. Co.	1018
h) Die Herstellung von Gewebenachahmungen	1018
Nach Ratignier und der Soci��t�� H. Pervilhac et Cie.	1018
Nach Sauverzac	1020
Nach Compagnie Fran��aise des applications de la cellulose	1020
Nach Schmid & Co. und Foltzer	1020
i) Die Herstellung k��nstlicher Baumwolle und wollartiger Kunstfasern	1022
Nach Pellerin	1022
Nach Bourbon und Cassier	1024
Nach Bloch	1024
Nach Fe��mann	1025
Nach Kraus	1026
Nach Claviez	1028
Nach Glanzf��den Akt.-Ges.	1028
Nach Freise	1034
Nach British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd., Dreyfus, Briggs and Clothworthy	1035
Nach Sch��lke	1036
Nach Plausons Forschungsinstitut G. m. b. H.	1036
k) Die Stapelfaser und ihre Herstellung	1037
Nach Girard	1037
Nach Vindrier	1041
Nach Fe��mann	1042
Nach Meyer	1043
Nach Bemberg	1044
Nach Lauffs	1045
Nach Sch��lke und Sudenburger Maschinenfabrik und Eisengie��erei	1046
Nach K��ttner	1051
Nach Dreaper	1053
Nach Vo��	1055
II. Die Verwendung der k��nstlichen Seide	1058
Namenverzeichnis	1063
Sachverzeichnis	1071
Patentliste	1095

Berichtigungen.

- Seite 30, Zeile 5 von oben: Cazeneuve.
Seite 151, bei Nr. 145: Brit. P. 11 729 1910.
Seite 265, Zeile 17 von oben: Glykols  ure.
Seite 462, Zeile 24 von oben: des Bades.
Seite 484, bei Nr. 555:   sterr. P. 76 721.
Seite 533, bei Nr. 632: (Prior. Deutschl. 14. XI. 1923).
Seite 596, bei Nr. 709: Brit. P. 28 733 1904.
Seite 771, bei Nr. 945: Brit. P. 3606 1907.

I. Die Herstellung der künstlichen Seide.

a) Die Herstellung künstlicher Seide aus nitrierter Zellulose.

Verfahren und Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Seide aus Nitrozellulose im allgemeinen.

Die ersten Versuche, ein dem Faden des Seidenspinners ähnliches Produkt künstlich herzustellen, bedienten sich als Ausgangsmaterial der Schießbaumwolle. Eine Andeutung, wie die Herstellung künstlicher Seidenfäden sich verwirklichen lasse, findet sich bereits 1734 in Réaumur's Mémoire pour servir à l'histoire des insectes, wo es im I. Bande, S. 154, heißt: „Könnten wir nicht, da die Seide nur eine erhärtete Gummi-Flüssigkeit ist, mit unserem Gummi und unseren Harzen oder deren Zubereitungen auch Seide herstellen? Diese Idee mag auf den ersten Blick abenteuerlich erscheinen. Wir sind aber bereits dazu gelangt, Firnisse mit den wesentlichsten Eigenschaften der Seide herzustellen, z. B. die chinesischen Firnisse. Hätten wir Fäden aus solchen Firnissen, so könnten wir aus denen Gewebe herstellen, welche an Aussehen und Festigkeit seidenen Geweben ähnlich wären. Doch wie soll man Firnisse in Fäden ziehen? So feine Fäden, wie sie die Seidenraupe erzeugt, braucht man nicht herzustellen, und es darf nicht unmöglich erscheinen, Firnisse in Fäden von genügender Feinheit auszuziehen, wenn man bedenkt, wie weit die Kunst gehen kann¹⁾.“ Das erste Patent auf die Erzeugung eines Seidenersatzes wurde dem Lausanner Audemars in England erteilt (Brit. P. 283¹⁸⁵⁵). Er verwandelt gut gereinigten und gebleichten Bast von jungen Maulbeerbaumzweigen in eine explosive Verbindung und löst diese in Alkohol-Äther in derselben Weise auf, wie Kollodium für photographische und andere Zwecke hergestellt wird. Dann wird Kautschuk in kleine Stücke zerteilt, in Ammoniakflüssigkeit eingetaucht (eingeweicht?) und in Äther, und zwar 1 Teil Kautschuk in 10 Teilen Äther, aufgelöst. Diese Lösung setzt man dem Kollodium zu. In die Mischung wird eine Stahlspitze getaucht und ein Faden von der Oberfläche der Flüssigkeit aus hochgezogen, dieser Faden wird von einer Haspelmaschine weitergezogen, bis die Flüssigkeit aufge-

¹⁾ Vgl. auch Silbermann: Die Seide. Bd. II, S. 116. 1897.

braucht ist. Dieser Faden wird als Seidenersatz behandelt und verwendet. E. J. Hughes erwähnt ferner in seinem brit. P. 67¹⁸⁵⁷ eine elastische Masse aus Stärke, Leim, Harzen, Gerbstoffen, Fetten u. a. m., die wie Glas zu seidigen Fäden versponnen werden soll. Die Verwendung von Spinnrüden erwähnt zuerst Ozanam, der bei der Besprechung der Löslichkeit von Seide in Schönbeinscher Flüssigkeit als technische Verwendung einer solchen Seidenlösung das Gießen von Geweben oder die Erzeugung von Fäden jeder Länge und Dicke in der Weise vorsieht, daß man die Tätigkeit der Seidenraupe nachahmt mit Spinnöffnungen (filières) von verschiedener Größe. [Cpt. rend. de l'Acad. des Sc. Bd. 55 (1862), S. 833.] Über eine Ausführung dieses Verfahren in größerem Maßstabe ist nichts bekannt geworden. Erst im Jahre 1883 stellte Joseph Wilson Swan in Bromley Fäden, die verkohlt in Glühlampen Verwendung finden sollten, in der Weise her, daß er eine Lösung von Nitrozellulose in Essigsäure oder einem anderen Lösungsmittel oder durch Hitze plastisch gemachte Nitroglykose durch Preßluft aus engen Öffnungen in 70–80%igen Alkohol oder eine andere Koagulierungsflüssigkeit auspreßte und durch Behandlung mit Schwefelammonium oder einem anderen desoxydierenden Mittel den Fäden die Fähigkeit nahm, mit Explosion zu verbrennen (D.R.P. 30 291 Kl. 21, vom 4. V. 1884; brit. P. 5978¹⁸⁸³). Nach einer Notiz im Journal of the Society of Chemical Industry 1885, S. 34 sind diese Fäden auch als „künstliche Seide“ bezeichnet worden. Nach Lehner, Chem.-Ztg. 1906, S. 579, waren auf einer 1884 in London veranstalteten Ausstellung von Swan Tücher ausgestellt, die aus Fäden gewebt waren, welche nach dem geschilderten Verfahren hergestellt waren. Ähnliche Verfahren gaben noch an Swinburne (brit. P. 4121¹⁸⁸⁴), Evans und Wynne (brit. P. 12 675¹⁸⁸⁴), Watt (brit. P. 13 133¹⁸⁸⁴) und Wynne und Powell (brit. P. 16 805¹⁸⁸⁴), die zum Teil auch Lösungen von Zellulose in Chlorzink und anderen Salzen verwendeten. Wichtiger sind die Arbeiten des Grafen Hilaire de Chardonnet, welche die Erzeugung künstlicher Seide im Fabrikbetriebe begründet haben.

Die Chardonnetschen Verfahren und Vorrichtungen.

D.R.P.: 38 368 Kl. 29; 46 125 Kl. 12; 56 331 Kl. 29; 56 655 Kl. 78; 64 031 Kl. 78; 81 599 Kl. 29 (gelöscht).

Franz. P.: 165 349 vom 17. XI. 1884; Zusätze dazu vom 23. XII. 84 und 7. V. 85; 172 207 vom 13. XI. 85; 199 494 vom 10. VII. 89; Zusatz dazu vom 12. IX. 89; 201 740 vom 5. XI. 89; Zusatz vom 9. I. 90 zum Patent 199 494; 203 202 vom 16. I. 90; Zusatz vom 25. I. 90 zum Patent 199 494; Zusatz vom 13. II. 90 zum Patent 203 202; Zusatz vom 3. IV. 90 zum Patent 201 740; 207 624 vom 13. VIII. 90; 208 405 vom 23. IX. 90 mit Zusatz vom 25. X. 90; 216 156 vom 15. IX. 91 mit Zusatz vom 18. XII. 91; Zusatz vom 24. III. 91 zum Patent 201 740; 216 564 vom 6. X. 91; 221 488 vom 9. V. 92; 225 567 vom 10. XI. 92; 231 230 vom 30. VI. 93 mit Zusätzen vom 30. VII. 93 und 30. IX. 93; Zusatz vom 2. X. 93 zum Patent 221 488; Zusätze vom 22. XII. 93, vom 19. VI. 95, vom 3. III., 6. V. 2. X. 97 zum Patent 231 230.

Brit. P.: 6045¹⁸⁸⁵; 2211⁸⁶; 5270⁸⁸; 1656⁹⁰; 5376⁹⁰; 19 560⁹¹; 24 638⁹³.

Ver. St. Amer. P.: 455 245; 460 629; 531 158.

Schweiz. P.: 1958; 2123; 3667; 4412; 10 506.

1. H. de Chardonnet, Besançon (Doubs, Frankreich). Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 38 368 Kl. 29 vom 20. XII. 1885 (gelöscht).

Die Erfindung betrifft die Herstellung künstlicher Seide aus besonders zusammengesetzten Flüssigkeiten, welche in den Zustand zäher, biegsamer und glänzender Fäden übergeführt werden. Diese Flüssigkeit ist eine Art Kollodium, welche durch Auflösung von Pyroxylin, eines reduzierenden Metallchlorürs und einer kleinen Menge einer oxydierbaren organischen Base¹⁾ in einer Mischung von Äther und Alkohol erhalten wird. Man löst in der Wärme 100 g Pyroxylin, 10–20 g eines reduzierenden Metallchlorürs, z. B. Eisen-, Chrom-, Mangan- oder Zinnchlorür, ungefähr 0,2 g einer oxydierbaren organischen Base, z. B. Chinin, Anilin, Rosanilin, in 2–5 l eines Gemisches von 40% Äther und 60% Alkohol. Dieser Lösung setzt man noch einen löslichen Farbstoff zu. Um eine für die vorliegenden Zwecke gute Flüssigkeit zu erhalten, löst man zunächst das Pyroxylin in dem größeren Teil des Gemisches von Alkohol und Äther auf und in seinem kleineren Teil das Metallchlorür, die organische Base und die Farbe. Die beiden Lösungen werden dann miteinander vereinigt. Wenn man die auf diese Weise hergestellte heiße Flüssigkeit durch ein enges, in einer kalten Flüssigkeit, z. B. Wasser, angeordnetes Mundstück austreten läßt, so erstarrt der austretende dünne Strahl der kollodiumähnlichen Flüssigkeit sofort auf seiner Außenfläche und bildet auf diese Weise einen festen Faden. Dieser Faden stellt sich dar als ein außen starres Röhrchen, welches eine innere, noch flüssige Säule umschließt. Man kann dann diesen Faden außerhalb des Wassers an der Luft noch dünner ausziehen. In solchen dünnen Fäden trocknet und erhärtet die Masse dann vollständig und bildet infolge ihres Glanzes die künstliche Seide.

Patentanspruch: Die Herstellung künstlicher Seide, darin bestehend, daß man eine kollodiumähnliche Flüssigkeit durch Auflösung von Pyroxylin, Eisen-, Chrom-, Mangan- oder Zinnchlorür, Chinin, Anilin, Rosanilin, Nikotin, Bruzin, Cinchonin, Atropin, Morphin, Salizin oder Kaffein in einer Mischung von Äther und Alkohol unter Zusatz eines löslichen Farbstoffes erzeugt, diese in heißem Zustande befindliche Flüssigkeit durch feine Röhrchen in eine kalte Erstarrungsflüssigkeit austreten läßt und den erst äußerlich erstarrten Faden außerhalb der Erstarrungsflüssigkeit an der Luft noch dünner auszieht, worauf die vollständige Erstarrung und Trocknung eintritt.

2. H. de Chardonnet, Besançon (Doubs). Verfahren zur teilweisen Denitrirung und zur Färbung von Pyroxylin.

D.R.P. 46 125 Kl. 12 vom 4. III. 1888 (gelöscht).

Die nitrierte Zellulose (Pyroxylin), welche mehr oder weniger gebundene Salpetersäure enthält, wird in Gestalt von natürlichen Fasern, gesponnenem Kollodium (künstlicher Seide) oder auf verschiedene Weise

¹⁾ Über den Zusatz von Tannin zu der Nitrozelluloselösung vgl. Chardonnet: Cpt. rend. 1887, 2. Tl., S. 899.

geformten Platten durch das folgende Verfahren zum Teil denitriert: Das Pyroxylin wird in einem Bade von Salpetersäure, welche mit Wasser auf 1,32 Dichtigkeit verdünnt ist, auf einer Temperatur von 32—35° C erhalten. Es verliert dadurch nach und nach seine Salpetersäure und fällt nach Verlauf von einigen Stunden in seiner Zusammensetzung unter die Tetranitrozellulose (Mr. Vieille) herab, d. h. enthält mehr als ungefähr 6—6 $\frac{1}{2}$ % Stickstoff. Die Behandlung ist ihrem Ende nahe, sobald der Stoff nicht mehr von den gewöhnlichen Auflösungsmitteln des Kollodiums, wie Ätheralkohol, Essigäther usw., angegriffen wird. Man wäscht den Stoff sodann schnell mit lauwarmem Wasser aus und läßt ihn hierauf in einem Strom lauwarmer Luft trocknen. Das Ende der Behandlung wird auch durch die beginnende Erweichung, welche das Pyroxylin erleidet, angezeigt. Um das Pyroxylin zu färben, wäscht man es nach dem Herausnehmen aus der Salpetersäure schnell in lauwarmem Wasser, taucht es dann in das Färbebad ein, wäscht es hierauf mit kaltem Wasser und läßt es schließlich in einem Bade lauwarmer Luft trocknen. Verschiedene reduzierend wirkende organische Körper, sogar reines Wasser, denitrieren das Pyroxylin, jedoch tun sie dies weniger gut als Salpetersäure. Pyroxylin und Alkohol wirken über 15—20° C hinreichend schnell aufeinander; es ist daher, wenn man künstliche Seide präparieren will, besser, vollständig in der Kälte zu arbeiten, also gerade entgegengesetzt zu verfahren, als oben im Patent 38 368 angegeben wurde.

Patentansprüche: 1. Das Verfahren zur Denitrierung und Färbung von Pyroxylin, darin bestehend, daß man den genannten Stoff in Salpetersäure digeriert und sodann färbt, bevor er durch Waschen und Trocknen wieder fest geworden ist.

2. Die Anwendung des in Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens auf gesponnenes Kollodium (künstliche Seide) und auf in verschiedener Weise geformtes Kollodium, welches zum Ersatz von Glas, Glimmer, Horn oder anderen plastischen und transparenten Stoffen dienen soll.

3. H. de Chardonnet, Paris. Maschine zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 56 331 Kl. 29 vom 6. II. 1890 (gelöscht); schweiz. P. 1958.

Die Erfindung betrifft eine Maschine zum Spinnen künstlicher Seide nach dem Verfahren, welches schon früher dem Erfinder durch das Patent 38 368¹⁾ geschützt ist. Man verwendet gereinigte Zellulose, welche aus Holzstoff, Strohpapierzeug, Baumwolle, Lumpen, Filtrierpapier, Hanf, Ramie od. dgl. hergestellt sein kann, und nitriert sie in bekannter Weise derart, daß sie in einer Mischung von Alkohol und Äther löslich ist. Aus dem erhaltenen Pyroxylin stellt man ein mehr oder weniger konzentriertes Kollodium her, indem man es in einem Gemisch von 40 Volumprozent Äther und 60 Volumprozent Alkohol auflöst. Man löst dabei zuerst das Pyroxylin in gleichen Mengen Alkohol und Äther und setzt sodann den übrigen Alkohol hinzu. Diese Lösung wird, nachdem sie gut filtriert ist, in die Spinnmaschine eingeführt,

¹⁾ Siehe S. 3.

welche im nachstehenden erläutert und auf den Zeichnungen dargestellt ist.

Fig. 1 ist eine Seitenansicht, Fig. 2 ein Querschnitt und Fig. 3 eine Vorderansicht der neuen Maschine. Die Kollodiumlösung wird in einem geschlossenen (auf der Zeichnung nicht dargestellten) Behälter untergebracht, welcher mittels einer Luftdruckpumpe unter einem Druck von 10 oder 12 Atm. gehalten wird. Dieser innen verzinnte Behälter steht durch ein mit einem Hahn versehenes Rohr mit dem wagerecht angeordneten Rohr *A* in Verbindung, welches die Spinnorgane trägt und sich über die ganze Länge der Maschine erstreckt. Dieses Rohr *A*

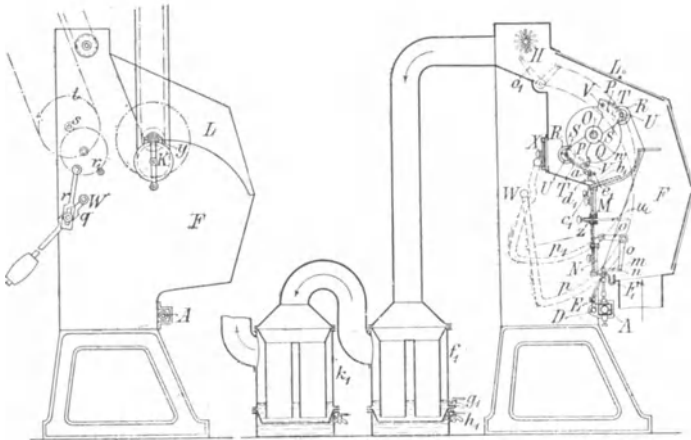


Fig. 1.

Fig. 2.

(s. die Fig. 4 und 5) enthält drei Abteilungen, eine mittlere *B* zur Aufnahme der Lösung und zwei seitliche *C* und *C'*, durch welche heißes Wasser hindurchgeleitet wird, um den Inhalt von *B* vor Abkühlung zu bewahren. Jedes der Spinnorgane, welche an sich schon durch Veröffentlichungen (z. B. Cpt. rend. Bd. 108, S. 961; Fischers Jahrb. d. chem. Technol. 1889) bekannt geworden sind, besteht aus einer Röhre *a*, welche oben mit einem Kapillarrohr *b* verbunden ist und deren untere Öffnung mit der Bohrung des in das Rohr *A* eingeschraubten Stutzens *c* kommuniziert. Die untere Mündung dieses Stutzens taucht in die Lösung ein. Jede Röhre *a* ist mit dem zugehörigen Stutzen *c* durch eine Muffe *d* verbunden und an dieser Stelle durch zwei aus Leder oder anderem Stoff bestehende Scheiben gut abgedichtet, welche den am unteren Ende der Röhre *a* gebildeten Flansch *e* zwischen sich ein-klemmen. Der Ausfluß der Flüssigkeit wird mittels der Spitze *f* an der mit Gewinde versehenen Stange *h* geregelt, welche man in die am unteren Teil des Rohres *A* angebrachte Stopfbüchse *j* mehr oder weniger tief einschraubt. Das obere Ende jeder der Spinnröhren *a* ist von einer Hülse *k* umgeben, welche sich längs der Maschine erstreckt und an deren Gestell angebracht ist. Durch diese Hülse *k* wird dem oberen

Ende der Spinnröhre kaltes Wasser zugeführt, welches von dem Leitungsrohr *D* kommt, mit welchem jede Hülse *k* durch ein mit Hahn *E* versehenes Rohr in Verbindung steht. Die Hähne *E* dienen zum Regeln des Ausflusses des kalten Wassers, in welchem der Faden bei seinem Austritt aus den Röhren *a b* gebadet wird. Das überschüssige Wasser

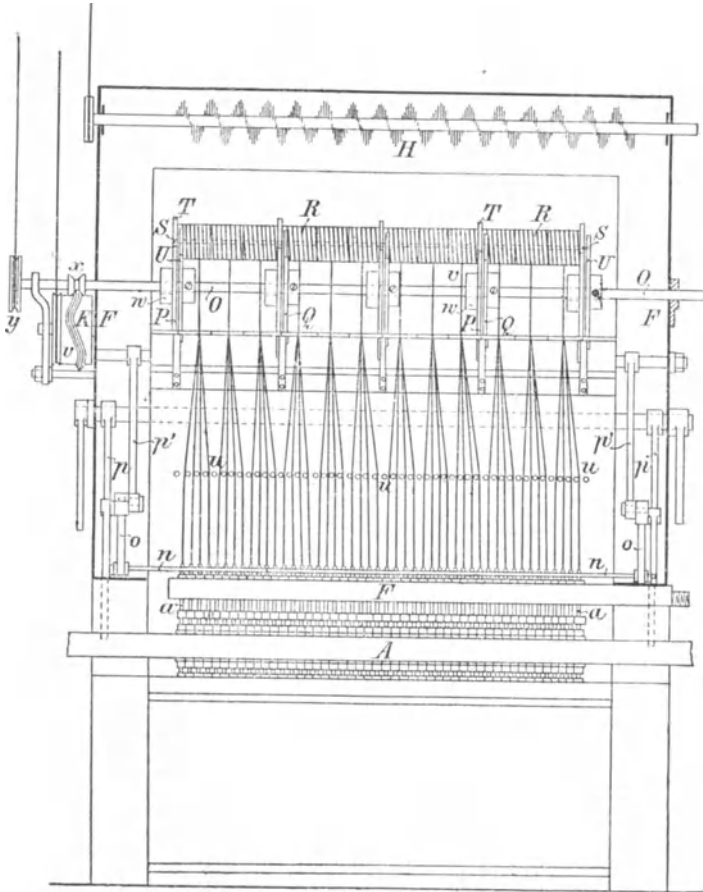


Fig. 3.

wird durch die Rinne *F*¹ abgeleitet, welche sich über die ganze Länge der Maschine erstreckt und an dem einen Rande der in der Querrichtung geneigten Platte *l* gebildet ist.

Wenn die Maschine nicht arbeiten soll, so schließt man die Röhren *A* und *D*, welche die Flüssigkeit und das Wasser zuführen, und bedeckt die Mündung der Spinnröhren mit einem Tropfen Mineralöl, um die Lösung oder das Wasser vor der Berührung mit der Luft zu schützen. Will man die Maschine in Gang setzen, so stellt man den Druck in den Röhren *A* und *D* wieder her. Die austretende Kollodiumlösung erstarrt

dann bei ihrem Durchgang durch das Wasser und bildet sogleich einen Faden, welcher sich, von dem überfließenden Wasser mitgenommen, rund an die Hülse *k* legt, von wo er durch eine Zange aufgenommen

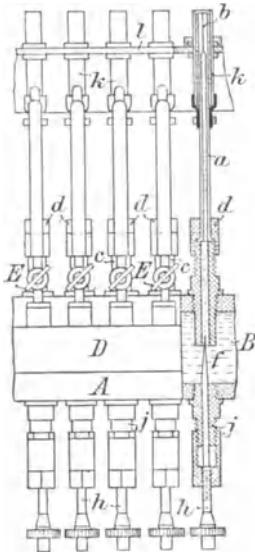


Fig. 4.

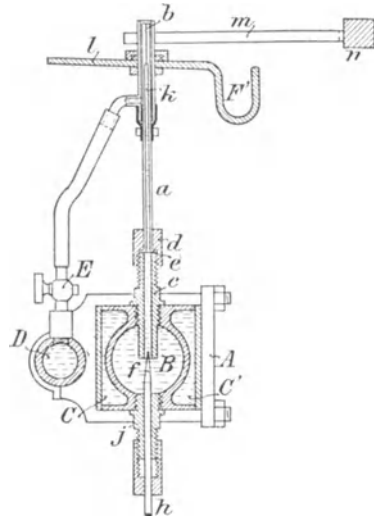


Fig. 5.

wird. Jede dieser Zangen (Fig. 2, 5 und 6) besteht aus zwei Blattfedern *m*, welche passend gekrümmt sind, um die entsprechende Hülse *k* umfassen zu können. An ihren freien Enden sind diese Federn dergestalt schräg abgebogen (s. Fig. 6), daß die Enden, wenn die Zange gegen die Hülse *k* bewegt wird, auf der letzteren hin- gleiten und dadurch das Öffnen der Zange bewirken. Sämtliche Zangen *m* sind an einem Balken *n* angebracht (s. Fig. 6), welcher an jedem seiner beiden Enden mit einem Winkelhebel *o* (Fig. 2) fest verbunden ist. Die beiden Winkelhebel *o* sind mit den beiden gekrümmten Armen *pp*¹, Fig. 2, gelenkig vereinigt, von denen der eine *p* eine schwingende Bewegung empfängt, an welcher der andere durch Vermittlung des Winkelhebels *o* teilnimmt.

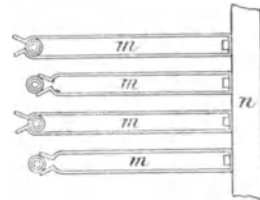


Fig. 6.

Jeder der Arme *p* wird in folgender Weise bewegt: Außerhalb des Gehäuses *F*, in welches die ganze Maschine eingeschlossen ist, trägt die Welle *W* des Armes *p* eine Kurbel *q*, Fig. 1, welche von dem Lenker *r* Bewegung empfängt. Der letztere wird seinerseits durch das Zahnrad *r*¹ bewegt, welches durch den Trieb *s* in Umdrehung versetzt wird, welcher auf die Welle der Antriebsriemenscheibe *t* aufgekeilt ist. Die Welle der Triebe *s* und diejenige der Räder *r*¹ erstrecken sich über die ganze Maschine. Unter dem Einfluß dieser schwingenden Bewegung der Arme *p* und *p*¹ nehmen die beiden die Zangen *m* tragenden Winkel-

hebel o , Fig. 2, bald die in ausgezogenen Linien angegebene Lage und bald die punktiert angedeutete Stellung o' , Fig. 2 oben, ein. Beim Beginn der Arbeit kleben die gebildeten Fäden, nachdem sie über die Ränder der Hülsen k getreten sind, an den Zangen fest und werden von ihnen beim Emporgehen mitgenommen. Die Fäden werden hierbei zunächst zwischen wagerechte Führungsstangen u , Fig. 3, und darauf in andere gegabelte Führungen, welche die Fäden gruppenweise vereinigen, gelegt, um schließlich auf die Spulen R aufgewickelt zu werden. Die gruppenweise vereinigten Fäden haften von selbst zusammen und bilden eine mehrfädige Rohseide. Sobald das Spinnen begonnen hat, ist zwischen der Mündung der Spinnröhre und der Spule ein fortlaufender Faden vorhanden; der aus der Spinnröhre austretende Stoff wird dann ununterbrochen ausgezogen und auf die zugehörige Spule aufgewickelt. Wenn ein Faden reißt, so wird dessen neues Ende wieder von der Zange erfaßt, wie oben erläutert wurde. Am oberen Ende ihres Weges kommen die Zangen mit einer umlaufenden Bürste H , Fig. 2 und 3, in Berührung und werden von ihr gereinigt. Diese Bürste wird von einer Welle gebildet, in welche schmale Blätter hochkantig eingesetzt sind, so zwar, daß sie in Gestalt einer Schraubenlinie um die Welle herumlaufen (Fig. 3). Diese Blätter kratzen von den Zangen den an ihnen haftengebliebenen Stoff ab. Die Zangen sind abwechselnd lang und kurz (Fig. 6), damit sie nicht alle zugleich auf die Hülsen k einwirken. Dies hat den Zweck, die Erschütterung, welche im Augenblick des Öffnens der Zangen eintritt, zu vermeiden oder wenigstens abzuschwächen. Außerdem wird dadurch, daß die Zangen wechselweise geöffnet werden, die zum Öffnen nötige Kraft verringert. Ein Strom von auf ungefähr 50° erhitzter Luft tritt unten in das Gehäuse F ein (Fig. 2) und verläßt es oben, mit Äther- und Alkoholdämpfen geschwängert.

Um die Dämpfe des Lösungsmittels wiederzugewinnen, ist es vorteilhaft, die aus der Maschine heraustretende heiße Luft langsam durch drei mittels eines Wasserstromes abgekühlte Kondensationsgefäße hindurchgehen zu lassen. Das erste Gefäß f^1 enthält Wasser, welches im Überschuß mit Kaliumkarbonat gesättigt ist. Das von der heißen Luft mitgeführte Wasser kondensiert sich und löst das überschüssige Karbonat auf. Der Alkohol und der Äther kondensieren sich ebenfalls (zum Teil); aber da sie in der Kaliumkarbonatlösung unlöslich sind, so bilden sie auf der Oberfläche eine abgesonderte Schicht, welche man durch einen Hahn g^1 ablassen kann; ein anderer, tiefer angebrachter Hahn h^1 dient zum Ablassen des kondensierten Wassers und zum Aufrechterhalten oder Regeln der Höhe des Spiegels der Karbonatlösung. Das aufgelöste Karbonat kann durch Verdampfen wiedergewonnen und unbegrenzt lange benutzt werden. Fast der gesamte Alkohol und ein Teil des Äthers bleiben auf diese Art in dem ersten Gefäß zurück. Durch eine bloße Digestion mit trockenem Kaliumkarbonat, welcher nach Bedarf eine Destillation folgen kann, wird der Alkohol und der Äther in gebrauchsfähigen Zustand zurückgeführt und dann von neuem verwendet. Ein beträchtlicher Teil des Äthers wird

von dem Luftstrom mit fortgerissen. Das zweite und dritte Kondensationsgefäß, von denen nur eins, k^1 , dargestellt ist, sind bis zur erforderlichen Höhe mit konzentrierter Schwefelsäure gefüllt, welche den Äther und den Rest des Alkohols zurückhält. Sobald die Schwefelsäure des zweiten Kondensationsgefäßes das Vierfache ihres Volumens an Äther aufgesaugt hat, zieht man sie ab und verdünnt sie mit Wasser, wodurch ungefähr $\frac{3}{4}$ des kondensierten Äthers abgeschieden werden; das letzte Viertel wird durch Destillation gewonnen. Dieser Äther ist nach einer Digestion mit trockenem Kaliumkarbonat und erforderlichenfalls einer Destillation wieder von neuem verwendbar. Die auf diese Art getrocknete Luft wird durch einen Ventilator oder ein Gebläse wieder, wie oben angegeben, durch die Spinnmaschine getrieben.

Damit die aufeinanderfolgenden Windungen des Fadens auf den Spulen sich nicht decken, sondern sich kreuzen, erhalten die Spulen eine hin und her gehende Bewegung in wagerechter Richtung. Diese Bewegung wird durch eine Kurvenscheibe K , Fig. 1 und 3, hervorgerufen, welche von einer Trommel gebildet ist, deren Umfang eine wellenförmig gekrümmte, vorspringende Leiste v darbietet. Diese Leiste schiebt während der Drehbewegung der Trommel eine Rolle x , welche auf der Welle O der Spulen befestigt ist, abwechselnd nach rechts und links, und zwar während diese Welle O mittels der Schnurscheibe y , welche mit einer passenden Transmission in Verbindung steht, in Umdrehung versetzt wird. Man könnte die Fäden auf Haspel aufwickeln; aber dies würde den Nachteil haben, daß man die die Haspel tragende Welle abnehmen müßte, um die Strähne von den Haspeln abnehmen zu können. Die Strähne müßten dann noch besonders aufgespult werden, wie dies bei der Zubereitung gewöhnlicher Seide geschieht. Die Eigenschaften der künstlichen Seide gestatten indessen, sie direkt auf Spulen aufzuwickeln. Diese Spulen sind auf besonderen Wangen montiert und werden auf diesen durch Federn festgehalten. Die Welle O , Fig. 2 und 3, welche eine beständige Drehbewegung und gleichzeitig eine geradlinige hin- und hergehende Bewegung in der Richtung ihrer Achse ausführt, trägt eine Reihe von L-förmigen Wangen P , die in der Mitte mit einem Auge versehen und mit diesem auf die Welle O lose aufgeschoben sind, sowie ferner neben jeder Wange P eine feste Scheibe Q , Fig. 3. Die Spulen R sind auf Spindeln S aufgesteckt, welche auf den Wangen P durch die Blattfeder T festgehalten werden. Jede dieser den Spulen als Drehachse dienenden Spindeln S trägt eine kleine Reibungsrolle U , welche mit dem Umfang der zugehörigen Scheibe Q in Berührung ist und infolgedessen die Spindel sowie die Gruppe von Spulen, welche auf die im Querschnitt viereckig gestaltete Spindel aufgesteckt sind, in Umdrehung versetzt. Die Wangen P sind sämtlich miteinander durch Stangen V vereinigt, welche gestatten, die ganze Spulvorrichtung zu drehen, um die vollen Spulen abzunehmen und durch leere ersetzen zu können. Um zu vermeiden, daß die beiden Spulenreihen gleichzeitig in Umdrehung versetzt werden, gibt man dem Auge w der Wangen P etwas Spiel. Auf diese Weise werden dann die Rollen U der jeweilig oberen Spulen durch das Gewicht der Vorrichtung gegen die Scheibe Q

angedrückt erhalten, während die Rollen der jeweilig unteren Spulen ebenfalls durch das Gewicht der Vorrichtung von den Scheiben Q abgezogen sind, so daß die unteren Spulen nicht mitgedreht werden. Damit das Abnehmen der vollen Spulen und das Ersetzen dieser durch leere erleichtert wird, ist in dem Gehäuse F eine Reihe von kleinen Schiebetüren X , Fig. 2, angebracht, welche gestatten, die Hand in die Maschine einzuführen. Um die Lage der Spulvorrichtung während des Aufspulens zu sichern, ist im Gehäuse F an jedem Ende der Spulvorrichtung eine Gabel a , Fig. 2, vorgesehen, welche das Ende derjenigen Verbindungsstange V umfaßt, welche sich jeweilig unten befindet. Diese Gabeln gestatten die seitliche Bewegung der Spulenträger, verhindern aber, daß letztere im Sinne der Drehbewegung der Welle O mitgenommen werden. Die Gabeln a sind auf Stangen b^1 montiert, welche man von außen mittels der Knöpfe c^1 heben oder senken kann. Ferner läßt sich die Stellung jeder Gabel durch eine Schraube d^1 , welche den Stiel e^1 der Gabel a an b^1 festklemmt, dergestalt regeln, daß die oberen Spulen die für das Aufwickeln der Seidenfäden geeignetste Lage einnehmen. Das Gehäuse des Apparates ist vorn und hinten mit Glasscheiben versehen und hat oben einen aufklappbaren Deckel L . Das Wasser, welches die oberen Enden der Spinnröhren umspült, nimmt Alkohol und Äther auf, die aus diesem Wasser wieder soviel als möglich abgeschieden werden, und es wird dann das Wasser beständig durch eine Pumpe wieder gehoben und immer wieder von neuem verwendet.

An derjenigen Seite, wo sich die mit der Überwachung der Maschine beauftragte Arbeiterin aufhält, sind in dem Gehäuse der Maschine zwei Reihen von Schiebetüren $M N$, Fig. 2, angebracht, um die Mundstücke der Spinnröhren und die wagerechten Führungsstangen u reinigen zu können. Die letzteren sind übrigens einfach in die Scheidewand z eingesetzt und können leicht ausgewechselt werden, indem man sie von außen herauszieht. Die Adhäsion, welche die Fäden während des Trocknens erlangen, gestattet, sie wie gewöhnliche Rohseide abzuspuhlen und zu moulinieren. Wenn die Adhäsion nicht genügend groß ist, so kann man in das Wasser, welches die Spinnröhren umspült, irgendein Bindemittel einführen. Nachdem die künstliche Seide mouliniert und in Strähne gebracht ist, nimmt man die Denitrierung vor, wie dies in dem Patente 46 125¹⁾ erläutert ist. Die Wiedergewinnung des Lösungsmittels mit Hilfe von Natrium- oder Kaliumkarbonat und Schwefelsäure gestattet, die oben beschriebene Maschine zu vereinfachen. Bei einer guten Ventilation, vermöge welcher die ganze mit Dämpfen geschwängerte Luft in die Kondensatoren gesaugt wird, kann man das Gehäuse der Maschinen ohne Gefahr häufig und weit öffnen und sogar vor einer gänzlich offenen Maschine arbeiten. Die Maschine kann dann wie folgt abgeändert werden (s. Fig. 7 und 8, von welchen Fig. 7 einen Querschnitt durch die Maschine und Fig. 8 eine Vorderansicht zeigt).

¹⁾ Siehe S. 3.

Die Spinnröhren erstrecken sich von dem Stoffzuführungsrohr *A* frei nach oben und tragen nur die Hülsen, durch welche dem Mundstück der Spinnröhren Wasser zugeführt wird. Die Fäden werden, nachdem sie den von den festen wagerechten Führungen *u* gebildeten Kamm passiert haben, mit der Hand über Führungen *a*¹ und auf die Spulen *R* gelegt. Diese Spulen, welche die Form der gewöhnlichen Moulinierspulen haben, sind auf Spindeln gesteckt, welche ebenfalls den Spindeln der Seidenmühle gleichen, in wagerechter Richtung umlaufen und

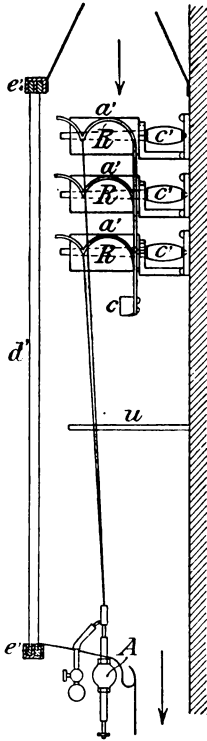


Fig. 7.

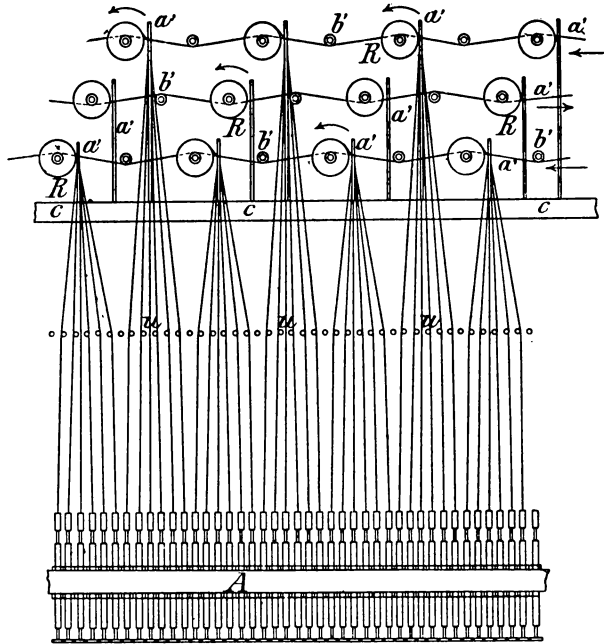


Fig. 8.

senkrecht zur Umfassungsmauer des Fabrikgebäudes angeordnet sind. Die Spindeln empfangen ihre Bewegung von Riemenscheiben, welche auf den Spindeln festsitzen oder ein Stück mit diesen bilden und in einem kleinen gußeisernen Lagerblock, welcher für sich an der Mauer befestigt ist, durch einen Reibungsriemen (wie bei den gewöhnlichen Seidenmühlen) in Umdrehung versetzt werden. Diese Riemenscheiben und ihre Spulen drehen sich alle in demselben Sinne, und das Anliegen des Riemens gegen die Scheiben wird durch kleine Leitrollen *b*¹, Fig. 8, gesichert, welche den Riemenscheiben gleichen, jedoch keine Spindeln tragen. Die Führungen *a*¹ sind aus starkem gedrehten Kupferdraht angefertigt und alle an einem Querbalken *c* befestigt, welcher in wagerechter Richtung senkrecht zur Mauer hin- und herbewegt wird. Diese hin- und hergehende Bewegung wird erzeugt entweder mittels der

Kurvenscheibe, welche weiter oben bei der großen geschlossenen Maschine beschrieben wurde, oder durch eine andere der zahlreichen bekannten Vorrichtungen. Die von den Kondensatoren kommende trockene, wiedererhitzte Luft tritt oben in die Maschine ein und wird nach unten abgesaugt, wobei sie die schweren Alkohol- und Ätherdämpfe mit sich fortreißt. Die Vorderseite der Maschine kann nach Belieben mittels Glaswände oder Fenster d^1 geschlossen werden, welche sich in genuteten Leisten e^1 verschieben lassen.

Patentansprüche: An einer Maschine zur Herstellung künstlicher Seide:

1. Die Anordnung der bekannten Spinnorgane für das Spinnen der unter Druck stehenden Kollodiumlösung auf einem gemeinsamen Rohr B (Fig. 5), welches von zwei zur Zirkulation von heißem Wasser dienenden Kanälen C^1 umgeben ist, und die Regelung des unteren Querschnittes jedes Spinnorganes durch eine konische Stange f , welche man mehr oder weniger tief einführt, während das obere Ende jedes Spinnorganes ein Kapillarrohr b bildet und von einem Rohr k umgeben ist, durch welches kaltes Wasser geleitet wird, welches über die Spitze des Spinnorganes hinwegfließt, dergestalt, daß der von der unter Druck stehenden Kollodiumlösung gebildete Faden in das kalte Wasser tritt und darin nach Maßgabe seines Vorschreitens erstarrt.

2. Über jedem Spinnorgan die Anordnung einer Zange, zusammengesetzt aus zwei gekrümmten Blattfedern m , welche das Umhüllungsrohr k mit leichter Reibung umfassen, wobei alle diese Zangen eine auf- und abgehende schwingende Bewegung von den Spinnorganen bis über die Spulen oder Haspel und umgekehrt haben, dergestalt, daß die eben entstandenen Fäden, welche über den Rand der Röhren k gelangen, sowie die Fäden, welche zerreißen, an den Zangen festkleben und von diesen auf die genannten Spulen gebracht werden, wohingegen die Zangen leer auf und abgehen, solange der Stoff beim Spinnen nicht zerreißt.

3. Die rotierende Bürste H (Fig. 2), auf welcher die Zangen am oberen Ende ihres Hubes gereinigt werden.

4. Die Anordnung von Wangen P lose auf der Achse O , welche Wangen die Spindeln S der Spulen R tragen, wobei diese Spindeln S kleine Rollen U haben, welche mit dem Umfang der auf die rotierende Achse O aufgekeilten Scheiben Q in Berührung sind, so daß die Spulen sich alle zugleich drehen und die Wangen alle zusammen bewegt werden können, um die vollen Spulen durch leere ersetzen zu können.

In seinem schweizerischen Patent 3667 verwendet Chardonnet statt der Spulen Haspel mit beweglichen, verstellbaren Armen, deren Umfang sich verkleinert, wenn der aufgewickelte Faden sich beim Trocknen zusammenzieht. Es wird hierdurch das Zerreißen des Fadens verhindert.

Die Spulmaschine des franz. P. 216 156 vom 15. IX. 1891 hat von einander unabhängige Haspel und gestattet, einige der in Umdrehung befindlichen Haspel auszurücken, ohne daß die Bewegung der anderen gehemmt wird¹⁾. In dem Zusatz vom 18. XII. 1891 zu diesem Patent

¹⁾ S. auch D.R.P. 63 214 Kl. 76 vom 3. XI. 1891 (gelöscht).

ist eine Vorrichtung beschrieben, die aufgewickelten Fäden leicht von dem Haspel abnehmen zu können, ohne daß ein Reißen der Fäden eintritt. Zu dem Zweck sind die Arme der Haspel so eingerichtet, daß sie in sich selbst zusammengeschoben werden können.

4. H. de Chardonnet, Paris. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Pyroxylin.

D.R.P. 81 599 Kl. 29 vom 11. X. 1893 (gelöscht); brit. P. 24 638¹⁸⁹³.

Zur Herstellung künstlicher Seide durch Verspinnen von Kollodium benutzt man bisher ein Kollodium, das durch Auflösen trockenen Pyroxylin in einem Gemisch von 40% Alkohol und 60% Äther hergestellt ist. Das vollständige Trocknen des Pyroxylin ist eine sehr langwierige und gefährliche Maßnahme und hat außerdem den Nachteil, die Löslichkeit des Pyroxylin zu vermindern.

Diese Mißstände werden beseitigt, wenn man zur Herstellung des Kollodiums ein Pyroxylin benutzt, dessen nach der Nitrierung und Auswaschung stattfindende Trocknung nur bis zu einem Wassergehalt von 25–30% erfolgt. Das nicht ganz getrocknete Pyroxylin bildet ein besonderes Hydrat, welches viel löslicher ist als das trockene Pyroxylin und sich von diesem durch das Aussehen im polarisierten Licht unterscheidet. Es läßt sich nicht erhalten, wenn man trockenes Pyroxylin anfeuchtet. Die Löslichkeit (berechnet auf dieselbe Menge trockenen Pyroxylin) ist für das Hydrat 25–30% größer als für das trockene Pyroxylin. Das Pyroxylinhydrat bietet also hinsichtlich der Sparsamkeit und der Sicherheit — es ist nicht brennbarer als gewöhnliche Baumwolle — Vorteile dar, die das trockene Pyroxylin nicht besitzt. Beim Verspinnen, das durch Ausspritzen des Kollodiums durch feine Röhrechen in die Luft erfolgt, zeigt das aus Pyroxylinhydrat gebildete Kollodium die Eigentümlichkeit, daß es an der Luft augenblicklich gerinnt und einen Faden bildet, der nicht mit dem benachbarten Faden zusammenklebt, da er nach Verlauf einiger Hundertstel einer Sekunde vollkommen fest wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß zur Herstellung des Kollodiums ein Pyroxylin benutzt wird, dessen nach der Nitrierung und Auswaschung stattfindende Trocknung nur bis zu einem Wassergehalt von 25–30% erfolgt, wodurch ein Pyroxylinhydrat gebildet wird, das löslicher ist als das trockene Pyroxylin.

Vgl. hierzu die späteren Patente der Soc. anon. de prod. chim. de Drogenbosch, von Douge, Stoerk, Lacroix, Dietl und der Kunstfäden-Gesellschaft¹⁾.

Nach Th. Chandelon rührt die größere Löslichkeit der feuchten Nitrozellulose nicht von einer Hydratbildung her, sondern davon, daß das eingeschlossene Wasser das Gemisch von Äther und Alkohol verdünnt. Es soll wenig ausmachen, ob dieser Wasserzusatz durch feuchte Nitrozellulose oder durch vorherige Zugabe von Wasser zu dem Lösungsmittel geschieht. („Kunststoffe“, 3. Jahrg. 1913, S. 69ff.)

¹⁾ Siehe S. 41–44.

Die Angaben auf S. 3 über die denitrierende Wirkung der Salpetersäure hat Chardonnet in seinem

5. D.R.P. 56 655 Kl. 78 vom 23. IV. 1890 (gelöscht)

wiederholt. Als weitere Denitrierungsmittel empfiehlt er dort:

1. Sulfurete und Polysulfurete. Das Pyroxylin verliert seine Salpetersäure vollständig durch eine Digestion mit einer konzentrierten Lösung von Sulfureten oder vielmehr Polysulfureten der Alkalien, alkalischen Erden oder Erden.

2. Sulfokarbonate. Die Sulfokarbonate der Alkalien, alkalischen Erden und Erden führen die Pyroxylinfasern in den Zustand reiner Zellulose zurück. Wenn man z. B. eine Lösung von Kaliumsulfokarbonat benutzt, welche 36° Bé zeigt, so erhält man nach Verlauf von 12 Stunden bei 35° C oder 36 Stunden in der Kälte weiße, glänzende Fasern, welche ihre ganze Zähigkeit bewahren und die Zusammensetzung der Baumwolle oder des Hanfes haben, sowie nicht mehr verbrennlich sind und eine etwas stärkere Dichtigkeit besitzen.

3. Ammoniumsulfhydrat. Ein Pyroxylin, welches z. B. ungefähr 12% Stickstoff enthält, verliert, wenn es in dem gewöhnlichen Ammoniumsulfhydrat des Handels 12 oder 15 Stunden hindurch bei einer Temperatur von 30–34° C digeriert wird, allmählich seine Salpetersäure, ohne seine physikalischen Eigenschaften einzubüßen. Dieses Reagens wirkt wie kein anderes, insofern als es die Faser reiner Zellulose nicht mehr angreift, weder bei einer langen Digestion in der Kälte noch bei einer 12- oder 24stündigen Digestion bei 60 oder 70°. Es greift auch die anderen Textilstoffe nicht an und kann daher benutzt werden, um mit irgendeinem anderen Stoff gemischtes Pyroxylin zu denitrieren.

Man kann die meisten dieser Denitrierverfahren dadurch abkürzen, daß man zuvörderst das Pyroxylin mit einer Säure (Salpeter-, Essig-, Phosphor- usw. -säure) imprägniert, welche das Pyroxylin erweicht und die Zersetzung des Reagens einleitet.

Auch Kalziummonosulfür und Kalziumsulfhydrat sind von Chardonnet als Denitrierungsmittel empfohlen worden (franz. P. 221 488 vom 9. V. 1892, mit Zusatz vom 2. X. 1893). Diese Reagenzien, welche in Gegenwart von überschüssigem Ammoniak verwendet werden, sollen außer ihrer Billigkeit den Vorteil haben, die Kunstseide sehr wenig anzugreifen und die einzelnen Fäden nicht zu verkleben.

In dem Zusatzpatent vom 6. V. und 2. X. 1897 zu seinem franz. P. 231 230 empfiehlt Chardonnet folgendes Denitrierverfahren¹⁾: Das gesponnene Pyroxylin wird in Strähnen in ein Bad von 75 proz. Alkohol mit oder ohne Zusatz von Holzgeist ungefähr 30 Minuten lang bei einer Temperatur von 40–50° C eingetaucht. Man nimmt dann die Strähne aus dem Bade, läßt abtropfen und bringt sie in ein 75° warmes Eisenchlorürbad, welches auf 1 Kilo Pyroxylin 400–500 g trockenes Eisenchlorür enthält. Dem Bade wird nach Bedarf weiteres Eisenchlorür zugesetzt, das Pyroxylin bleibt solange in dem Bade, bis die Denitrierung vollständig ist.

¹⁾ Leipziger Färber-Zeit. 1898, S. 435.

Ebenfalls in seinem D.R.P. 56 655 Kl. 78 erwähnt Chardonnet, daß Zellulose, die vor dem Nitrieren gebleicht ist, kein zähes, zur Herstellung von Fäden geeignetes Kollodium liefert. Man gelangt dagegen zu guten Ergebnissen, wenn man das fertige Pyroxylin reinigt, indem man die folgenden Vorsichtsmaßregeln beobachtet: Das Pyroxylin wird in eine große Menge Wasser, welches ungefähr $\frac{1}{10}$ seines Gewichtes Chlorkalk enthält, gebracht. Man setzt dann mit Salpetersäure oder anderer Säure angesäuertes Wasser hinzu, bis der Chlorkalk sich aufgelöst hat, worauf man wäscht, ausschleudert und trocknet.

6. H. de Chardonnet, Paris. Verfahren der Vorbehandlung zu nitrierender Zellulose.

D.R.P. 64 031 Kl. 78 vom 30. X. 1891 (gelöscht).

Alle für die Herstellung von Pyroxylin angegebenen Verfahren lassen eine vorgängige Trocknung bei einer in der Nähe von 100° gelegenen, in hinreichend weiten Grenzen veränderlichen Temperatur zu, wobei der Zweck und das Ergebnis dieser Trocknung sind, lediglich die Feuchtigkeit zu entfernen, welche zu jeder Zeit in die zelluloseartigen Stoffe eindringt. Alle diese Verfahren geben Resultate, welche hinsichtlich der Reinheit und der Löslichkeit der Produkte unvollkommen und unzuverlässig sind. Ich habe gefunden, daß durch methodische Anwendung hoher Temperaturen die Zusammensetzung zelluloseartiger Stoffe verändert wird, indem dadurch 1. die inkrustierenden und fremden Stoffe so angegriffen werden, daß deren Zerstörung in dem Nitrierungsbad vorbereitet wird, 2. die Zellulose selbst derart verändert wird, daß die Pyroxylinprodukte eine besondere Löslichkeit gewinnen, welche gestattet, Kollodium darzustellen, welches bis 20 oder 25% Pyroxylin enthält. Ich verfare wie folgt: 4–8 Stunden hindurch erhitze ich bei einer bestimmten, zwischen 150 und 170° gelegenen Temperatur Holzzellulose, Baumwolle, Ramie usw. Diese Art Raffinierung geschieht in einer Trockenkammer, deren Abteilungen von aus eisernen oder kupfernen hohlen Röhren bestehenden Rosten gebildet sind, in deren Rohren Dampf von 8–10 Atm. Druck umläuft. Register gestatten, den Luftstrom so zu regeln, daß die bestimmte Temperatur erhalten wird. Sobald die Operation beendet ist, wird die noch lauwarme Zellulose in das Nitrierungsbad eingetaucht.

Patentanspruch: Verfahren der Vorbehandlung zu nitrierender Zellulose, darin bestehend, daß diese in einem Strom trockener Luft von 150 – 170° C erhitzt wird zum Zweck, die inkrustierenden Bestandteile der Zellulose zum Zerfall zu bringen und bei der Nitrierung ein Produkt zu erhalten, welches in den gewöhnlichen Lösungsmitteln vollkommen zu 20–25%igen Lösungen löslich ist.

Eine weitere Verbesserung seines ursprünglichen Verfahrens gibt Chardonnet in seinem

7. französischen Patente 231 230 vom 30. VI. 1893.

Ich habe beobachtet, daß, wenn man dem Kollodium einige Hundertstel Prozent einer Chlorverbindung, eines Alkohols oder auch von Äther oder Schwefelkohlenstoff zusetzt, die Löslichkeit des Pyroxylins und

die Fließbarkeit der Lösung zunimmt. Man kann auch dem Kollodium Metallchlorüre zusetzen. Das Kollodium darf weder freie Salzsäure noch freies Chlor enthalten.

Beispiel: Zu 60 l Äther und 40 l Alkohol setzt man 1—3 kg Chlormethyl oder Mangan- oder Zinnchlorür. In der Mischung löst man 20—25 kg Pyroxylin auf und filtriert in gewohnter Weise. Ein so hergestelltes Kollodium bildet, wie übrigens jedes Kollodium, das mehr als 15—20% Nitrozellulose enthält, sofort beim Austreten aus der Spinnöffnung einen Faden, ohne mit Wasser in Berührung gekommen zu sein; um jedoch einen künstlichen Seidenfaden mit den notwendigen Eigenschaften herzustellen, empfiehlt es sich, das Fadenziehen unter Benutzung von Wasser vorzunehmen. Zu diesem Zwecke läßt man den Faden in einen hängenden Wassertropfen eintreten oder führt ihn unter Reibung an einer stark benetzten Fläche vorbei. Man erreicht dies dadurch, daß man den Faden an Schwämmen vorbeiführt, die in eine die ganze Länge der Apparate einnehmende, mit Wasser gefüllte Rinne eintauchen.

In dem Zusatz vom 22. XII. 1893 zu vorstehendem Patent empfiehlt Chardonnet zur Erhöhung der Löslichkeit des Pyroxylins und der Fließbarkeit des Kollodiums den Zusatz einiger Hundertstel Prozente von: Chlormethyl, Chloräthyl¹⁾, Magnesium-, Aluminium-, Mangan- oder Zinnchlorür, Essigsäure, Aldehyd, Schwefelkohlenstoff, Salz-, Salpeter- oder Schwefelsäure.

Weiter ist in dem Zusatz vom 19. VI. 1895 empfohlen, die künstliche Seide auf den Haspeln in 30—40° warme Räume zu bringen, die Haspel dort in rasche Umdrehung zu versetzen und so die Seide zu trocknen. Das Trocknen geschieht auf diese Weise durchaus regelmäßig, so daß die Seide sich gleichmäßig anfärben läßt.

Eine eingehende Beschreibung des im großen ausgeübten Verfahrens zur Herstellung der Chardonnetschen Seide gibt H. Wyss-Naef in der Zeitschr. f. angew. Chem. 1899, S. 30—33.

Eine Schwimmereinrichtung, um beim Lagern des Kollodiums vor dem Verspinnen die Luft abzuschließen, beschreibt de Chardonnet in Cpt. rend. Bd. 178, S. 171—172. 1924.

Ebenfalls Nitrozellulose wie die Chardonnetschen Verfahren verarbeitet das nachfolgende, technisch weniger wichtige Verfahren.

Nach Gérard.

S. M. P. E. Gérard, Paris. Verfahren zur Herstellung einer Masse, welche im flüssigen Zustande als Firnis dient und im festen Zustande zu Platten, Blättchen und Fäden verarbeitet wird.

D.R.P. 40 373 Kl. 22 vom 14. IX. 1886 (gelöscht); brit. P. 2694¹⁸⁸⁷, 2695¹⁸⁸⁷.

Gewisse klebrige Massen, besonders Gelatine, bilden bei schnellem Herausheben einer geringen Menge aus der Gesamtmasse Fäden. Aber diese Fäden würden sehr brüchig und wegen ihrer Löslichkeit z. B. zu Geweben nicht verwendbar sein, wenn sie aus Gelatine allein hergestellt

¹⁾ Vgl. Ver. St. Amer. P. 628 463.

wären¹⁾. Diesem Übelstande wird nun dadurch abgeholfen, daß Gelatine in Verbindung mit Trinitrozellulose zur Verwendung gelangt. Zu diesem Zweck löst man Gelatine für sich und Trinitrozellulose für sich in einem gleichen Lösungsmittel, als welches sich vorzüglich Eisessig eignet. Es werden 5 Gewte. Gelatine in 30 Gewtn. Eisessig einerseits und 10 Gewte. Trinitrozellulose in 30 Gewtn. Eisessig andererseits gelöst, was schon bei gewöhnlicher Temperatur leicht gelingt. Diese beiden Lösungen werden mit Hilfe einer geeigneten Mischvorrichtung sehr innig miteinander gemischt. Die hierdurch entstandene Paste wird mit so viel Eisessig versetzt, daß die Gesamtmenge 125 Gewte. beträgt und an festen Stoffen (Gelatine und Trinitrozellulose) 18 Gewte. enthält. Das Produkt, aus welchem sich leicht auch Fäden herstellen lassen, kann noch geeignete Zusätze, entsprechend dem jeweiligen Zweck, für welchen es verwendet werden soll, erhalten. Setzt man zu dem Eisessig vorher Spuren von Chlorkalzium, so wird das Produkt unverbrennlich. Will man das Produkt geschmeidig und so zur Herstellung von Fäden usw. geeignet machen, so gibt man zu der Mischung Spuren von reinem Kleber, Glykose oder selbst Honig. Auch ist es zur Herstellung von Fäden praktisch, vor der Mischung der einzelnen Stoffe 5% Glycerin und eine Spur von Rizinusöl oder manganhaltigem Leinöl zuzusetzen. Um die Fäden, welche aus dem vorliegenden Produkt hergestellt sind, zu denitrieren, kann man sie in einer Lösung von Eisenchlorür oder Eisenacetat kochen.

Patentanspruch: Bei der Herstellung von Fäden, Platten, geformten Gegenständen und Firnis die Anwendung eines Grundstoffes, welcher hergestellt ist durch Auflösen von Gelatine einerseits und Trinitrozellulose andererseits in Eisessig, und Mischen dieser Lösungen mit oder ohne Zusatz von Chlorkalzium, Glycerin, Kleber, Honig, Fetten oder Gummilack.

Das brit. P. 2695¹⁸⁸⁷ erwähnt das Spinnen in einer Atmosphäre aus überhitztem Dampf und Ammoniak.

Nach du Vivier.

Größeres Interesse als das eben geschilderte Verfahren fand das Verfahren von J. H. du Vivier, für welches folgende Patente in Betracht kommen:

D.R.P.: 52 977 Kl. 29.

Franz. P.: 195 654 vom 26. I. 1889; 195 655 vom 28. I. 89; 195 656 vom 26. I. 89; 208 856 vom 14. X. 90; 208 857 vom 14. X. 90; Zusatz zum Patent 195 655 vom 16. X. 90.

Brit. P.: 2570¹⁸⁸⁹; 2571¹⁸⁸⁹.

Ver. St. Amer. P.: 563 214.

9. J. H. du Vivier, Paris. Verfahren und Apparat zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 52 977 Kl. 29 vom 7. III. 1889 (gelöscht).

Das Verfahren liefert eine Masse zur Herstellung von künstlichen Fäden, welche das Aussehen und die Eigenschaften der Fäden von

¹⁾ Vgl. hierzu das Millarsche Verfahren, D.R.P. 88 225, S. 638.

Seidenkokons zeigen, und besteht im wesentlichen in der Behandlung einer Lösung von Trinitrozellulose in Eisessig mittels verschiedener Reagenzien, um diese Eigenschaften hervorzurufen. Der zur Herstellung der Trinitrozellulose oder Schießbaumwolle dienende Apparat ist in Fig. 9 in Vorderansicht und in Fig. 10 von der entgegengesetzten Seite aus gesehen dargestellt, während Fig. 11 das Gestell des Apparates im Profil zeigt. In diesen Figuren entsprechen gleiche Buchstaben und Zahlen gleichen Apparatteilen. Die Baumwolle wird vor der Nitrierung mit Alkalien behandelt, indem man sie in einer Lösung von 4 kg Ätznatron in 20 l Wasser, welcher man nach dem Abkühlen 80 l käufliches Ammoniakwasser von 22° Bé zufügt, unter täglichem Umrühren etwa 3 Tage und 3 Nächte liegen läßt. Darauf wird sie aus-

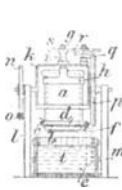


Fig. 9.

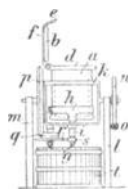


Fig. 10.

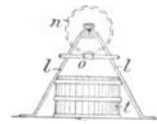


Fig. 11.

gepreßt, mit großen Mengen Wasser bis zur völligen Neutralität ausgewaschen und nach dem Trocknen zur Lockerung der Fasern gekratzt. Darauf wird die Baumwolle in dem durch Fig. 9–11 veranschaulichten Apparat der Nitrierung unterworfen. Der Apparat besteht aus einem gegen Temperatur und Druck hinreichend widerstandsfähigen Stein-gefäß *a* mit einem gut aufgeschliffenen Steindeckel *b* mit Verschlussbügel *f*, welcher mittels Haken *e* unter einen durch Augen eines Reifens *d* führenden Bolzen *c*, Fig. 9, greift.

Ein mit der Achse *g* festverbundener Ring *h* hält den Behälter *a*. Die Achse *g* führt durch den Träger *i* des Gehäuses *k*, welches letztere auf den Gestellen *l* und *m* drehbar gelagert ist und mit Hilfe des Schneckengetriebes *o n* gedreht werden kann, wodurch auch das Gefäß *a* eine Drehung in gleichem Sinne erfährt. Außerdem wird infolgedessen der Behälter *a* durch das konische Umlaufgetriebe *p q* und Stirnradgetriebe *r s*, dessen Stirnrad *s* fest auf die durch den Träger *i* hindurchführende Achse *g* aufgekeilt ist, um die eigene Achse gedreht. Die Zahnung der Getriebe ist derart eingerichtet, daß, während der Apparat um die horizontale Welle des Rades *n* in etwa 5–6 Minuten 1½ Drehung macht, er sich in derselben Zeit um die Achse *g* etwa 20 mal dreht. Zur Beschickung des Apparates (von z. B. 120 l Inhalt) stellt man ihn mit dem Deckel nach oben ein (Fig. 10) und bringt zunächst z. B. 20 kg weißen, gereinigten, gemahlene und auf ungefähr 45° C erhitzten Salpeter in den Behälter, darauf in mehreren Absätzen etwa 30 kg reine Schwefelsäure von 66° Bé und rührt alsdann das Ganze so lange um, bis die Flüssigkeit völlig gleichmäßig und frei von Klumpen ist. Die Mischung wird alsdann auf 85° C gebracht. Hierauf trägt man 1 kg

Baumwolle in kleinen Flocken ein, schließt den Behälter, setzt den Apparat in Bewegung, hält ihn nach etwa 5—6 Minuten an und entfernt, sobald der Deckel des Behälters nach unten gerichtet ist, den Bolzen *c*. Der Deckel *b* öffnet sich alsdann durch sein eigenes Gewicht und der Inhalt fällt in einen unter ihm aufgestellten Wasserbottich *t*. Die nitrierte Baumwolle wäscht man in dem Bottich unter etwa zwölfmaliger Erneuerung des Wassers sorgfältig aus und trocknet sie alsdann in einem geeigneten Trockenraum. Zur Vervollständigung der Durchmischung in dem Behälter *a* kann man mit der Baumwolle Steinstücke oder andere feste Massen oder auch eine Kette mit genügend schweren Kettengliedern aus säurebeständigem Stoff einbringen.

Zur Verarbeitung der so erhaltenen Schießbaumwolle behufs Herstellung künstlicher Seide sind folgende drei Lösungen erforderlich: Lösung A ist eine Auflösung von Guttapercha in Schwefelkohlenstoff (25 g auf 200 ccm), Lösung B ist eine Auflösung von Fischleim in Eisessig (10 g auf 200 ccm), Lösung C ist eine Auflösung von Schießbaumwolle in Eisessig (7 g auf 100 ccm). Diese drei Lösungen A, B und C werden in einem Gefäß mit vertikalem Rührwerk in solchem Verhältnis innig miteinander vermischt, daß das Gemisch auf 4 g Schießbaumwolle etwa 1 g Fischleim und 0,5 g Guttapercha enthält, und außerdem 0,01 g Glyzerin und 1 Tropfen Rizinusöl als Zusatz. Die filtrierte klebrige oder halbflüssige Masse bildet den Grundstoff für künstliche Seidenfäden. Sie liefert diese, indem man sie einfach durch eine enge Öffnung unter Wasser ausfließen läßt. Damit indessen die so erhaltenen Fäden an Widerstandsfähigkeit, Aussehen und Unverbrennlichkeit gewinnen, müssen sie der Wirkung verschiedener chemischer Mittel unterworfen werden, indem sie mit Hilfe einer geeigneten Vorrichtung durch die erforderlichen Bäder gezogen werden. Die verschiedenen Bäder, welche der Faden zu durchlaufen hat, sind folgende: 1. Ein Natronbad zur Entfernung der noch in ihm zurückgebliebenen Essigsäure; 2. ein Albuminbad (mit 3% Albumingehalt), um dem Faden animalische Beschaffenheit zu verleihen; 3. ein Quecksilberchlorürbad¹⁾ zur Koagulierung der Masse. Nachdem der Faden dieses Bad durchlaufen hat, wird er durch eine Kohlensäureatmosphäre hindurchgeführt, um (nach Ansicht des Erfinders) die Koagulierung zu vollenden. Zur Verminderung der Verbrennlichkeit des Fadens führt man ihn durch ein Bad von 10%igem Ammoniak und darauf durch ein Bad von Aluminiumsulfat, wodurch sich in den Poren des Fadens Tonerdehydrat niederschlägt. Endlich durchläuft der Faden ein 3% Albumin enthaltendes Bad, um ihn gleichsam einzuschmieren und so die spätere Handhabung (das Spulen, Zwirnen usw.) des Fadens zu erleichtern. Um an Stelle eines matten einen glänzenden Faden zu erhalten, kann man Guttapercha, Fischleim, und Glyzerin entbehren und die Fadenmasse lediglich aus 360 g Schießbaumwolle, 6 l Eisessig und 90 g Rizinusöl herstellen. In diesem Falle kann man den Faden, wie oben, um ihn zu animalisieren, durch ein Albuminbad führen und die Koagulierung durch eine Lösung von

¹⁾ Wohl Quecksilberchlorid? D. Verf.

3 T. Karbolsäure und 1000 T. verdünnten Alkohols bewirken. Diese Reihe der Bäder kann man auch durch folgende ersetzen: Der Faden durchläuft zuerst drei aufeinanderfolgende Bäder von 5%iger Natriumbisulfidlösung, von 0,3%iger Albuminlösung und endlich ein Koagulierungsbad von 0,3%iger Karbolsäurelösung. Das Natriumbisulfidbad bietet den Vorteil, daß es gleichzeitig bleichend wirkt.

Patentsprüche: 1. Abänderung des im Patent 38 368¹⁾ beschriebenen Verfahrens zur Herstellung künstlicher Seide in der Weise, daß man das Pyroxylin (Nitrozellulose) in Eisessig statt in einer Mischung von Äther und Alkohol auflöst und dieser Lösung Lösungen von Fischleim in Eisessig oder Guttapercha in Schwefelkohlenstoff oder Rizinusöl allein oder gleichzeitig zusetzt.

2. Verfahren zur Behandlung von gemäß Anspruch 1 hergestellter künstlicher Seide in Form von Fäden, Streifen od. dgl., bestehend in der Anwendung folgender Bäder, in welche die Seide eingebracht wird, nämlich: a) ein säureneutralisierendes und evtl. bleichendes Bad, bestehend aus einer Lösung von Ätznatron, Soda oder Natriumbisulfid; b) eine Albuminlösung; c) ein Koagulierungsbad, bestehend aus einer Lösung von Karbolsäure oder Quecksilberchlorür; d) ein die Verbrennlichkeit einschränkendes Bad, bestehend aus einer ein Aluminiumsalz enthaltenden Lösung; evtl. e) ein die Oberfläche glättendes, schmierendes Bad aus Albuminlösung.

3. Apparat zur Herstellung von Pyroxylin (Nitrozellulose) für das unter 1. angegebene Verfahren, bestehend aus einem dicht verschließbaren Nitrierungsgefäß (*a*) zur Aufnahme der Nitrierungsmasse, welches behufs Durchmischung gleichzeitig nach zwei Richtungen gedreht werden und bei seiner mit dem Deckel nach unten gerichteten Stellung durch Öffnung des letzteren seinen Inhalt in einen darunter befindlichen Behälter freiwillig abgeben kann.

In dem Zusatz vom 16. X. 1890 zu seinem franz. P. 195 655 hat du Vivier das vorstehende Verfahren noch durch folgende Abänderung ergänzt: Man unterwirft die fertigen Fäden in irgendeiner Flüssigkeit, am besten in Seifenwasser, einer energischen Kompression. Dadurch wird der Faden homogener und ganz bedeutend fester. Außerdem setzt sich das Seifenwasser mit den Eiweißkörpern und den Metallverbindungen des Fadens um, es entsteht in der Faser eine unlösliche Seife, welche für die fernere Behandlung des Fadens sehr kostbar ist. Zur Ausführung dieses Verfahrens tut man die zu komprimierenden Fäden mit dem Seifenwasser in einen glockenförmigen Behälter, verschließt diesen mit Pergamentpapier und bringt ihn dann in ein größeres Gefäß, das man mit der Flüssigkeit anfüllt, mit der man den Druck ausüben will. Das Ganze kommt in einen Autoklaven und wird nun in irgendeiner Weise dem gewünschten hohen Druck ausgesetzt.

Der Apparat, den du Vivier zur Herstellung seiner Kunstseide benutzt, besteht nach dem franz. P. 195 656 aus folgenden wesentlichen Teilen: ein Reservoir enthält die zur Herstellung der Fäden dienende

¹⁾ Siehe S. 3.

Mischung und läßt aus einer feinen Öffnung den Faden in Wasser oder eine andere Koagulierungsflüssigkeit austreten. Von dem ersten Bade aus wird der Faden mit Hilfe von Führern und Rollen durch eine Reihe anderer Bäder geleitet bis zu einem Wagen, auf dem er sich ablagert. Von dem Wagen wird der Faden in regelmäßigen Windungen auf eine Trommel aufgewickelt, die Vorwärtsbewegung des Wagens längs der Trommel ist von der Umdrehung der Trommel abhängig. Während des Aufwickelns wird der Faden durch ein Führerauge sanft gestreift und geglättet. Der aufgewickelte Faden wird dann getrocknet und kommt auf die Bobine. Gezwirnt werden die Fäden auf einer besonderen Mühle; die Fäden der Bobinen, die sich gleichzeitig mit ihrer Drehung um eine gemeinsame Achse gleichmäßig abwickeln, zwirnen sich zu einem Faden zusammen, bevor sie an den Fadenführer gelangen, der sie nach dem Haspel führt. Die Spulwellen sind hohl, um erforderlichenfalls einen Flüssigkeitsstrahl auf den sich bildenden gezwirnten Faden fließen zu lassen, der die einzelnen Fädchen verkleben soll¹⁾.

Die nach dem Vivierschen Verfahren hergestellte Kunstseide kam als „Soie de France“ auf den Markt. Sie ist schon lange nicht mehr im Handel.

Ein dem Chardon netschen ebenbürtiges Produkt lieferten die nach den nun zu besprechenden Lehnernschen Verfahren arbeitenden Fabriken.

Nach Lehner.

Für die Lehnernsche Erfindung sind die folgenden Patente zu beachten:

D.R.P.: 55 949, 58 508, 82 555 Kl. 29 (gelöscht).

Franz. P.: 221 901 vom 25. V. 92; 224 460 vom 20. IX. 92; 243 612 vom 13. XII. 94; 243 677 vom 15. XII. 94.

Brit. P.: 11 831¹⁸⁹¹; 22 736⁹²; 24 003⁹³; 24 009⁹⁴; 2595⁹⁶; 10 868⁹⁶.

Ver. St. Amer. P.: 559 392; 562 626; 562 732.

Schweiz. P.: 3740; 4984.

Von den aufgeführten Patenten genügen zur Erläuterung des Lehnernschen Verfahrens die folgenden:

10. Dr. Fr. Lehner, Augsburg. Verfahren und Apparat zur Herstellung künstlicher Fäden.

D.R.P. 55 949 Kl. 29 vom 9. XI. 1889 (gelöscht).

Die künstlichen Fäden bestehen aus einer Mischung von Kopal oder Sandarak, Leinöl, nitrierter Zellulose und einem die Verbrennung verhindernden anorganischen Salz. Aus diesen Bestandteilen werden drei Lösungen hergestellt und dann gemischt. Zur Herstellung von Lösung 1 schüttelt man 500 g fein gepulverten Kopal oder Sandarak mit 2400 g Äther in einer wohlverkorkten Flasche bei mittlerer Temperatur kräftig durch, läßt die Lösung hierauf einige Tage zur Klärung stehen, gießt sie ab, versetzt sie mit 100 g Leinöl und filtriert. Lösung 2 bereitet

¹⁾ Eine sehr ausführliche Beschreibung des du Vivierschen Verfahrens und der zu seiner Ausführung dienenden Apparate gibt G. Richard in der Rev. industr. 1890, S. 194 ff.

man auf die Weise, daß man Seidenpapier, Baumwolle oder Spinnereiabfall in einer Lösung von Kupferoxydammoniak, welche man durch Auflösen von 10 Tn. Kupfervitriol in 100 Tn. Ammoniakwasser vom spez. Gew. 0,975 hergestellt, etwa 15 Minuten lang eintaucht, und zwar verwendet man auf 1 kg zellulosehaltigen Stoffes etwa 12 l Lösung. Die einzelnen Fasern quellen dabei auf und die spätere Nitrierung geht besser vonstatten. Die aus dem Bade genommene Masse wird in viel warmem Wasser tüchtig ausgewaschen, gepreßt und gut getrocknet. Man trägt sie dann möglichst feinflockig in ein auf 75° erwärmtes Gemenge von 4 Tn. Schwefelsäure vom spez. Gew. 1,84 und 3 Tn. Salpetersäure vom spez. Gew. 1,4 ein, rührt gut um und gießt nach 5 Minuten die Säure ab. Die entstandene Nitrozellulose wäscht man gründlich mit Wasser, trocknet sie, übergießt sie hierauf mit Holzgeist (9 kg auf 1 kg), schüttelt gut durch, bis alles gelöst ist, stellt die Lösung zum Klären 8 Tage an einen kühlen Ort und gießt sie dann klar von dem vorhandenen Bodensatz ab. Lösung 3 stellt man aus 100 g essigsaurem Natron (oder Ammoniaksalzen) und 1 kg wasserhaltigem Weingeist durch Lösen und Filtrieren her. Die vorstehend beschriebenen drei verschiedenen Lösungen werden nun so gemischt, daß auf 1 kg Nitrozellulose 200 g Kopal oder Sandarak, 50 g Leinöl und 100 bis 200 g essigsaures Natron (oder Ammoniaksalze) kommen. Dieses Lösungsgemisch bildet den Grundstoff zur Erzeugung glänzender Fäden, und zwar erfolgt die Bildung des Fadens dadurch, daß man das Lösungsgemisch durch eine enge Öffnung frei ausfließen läßt und gleichzeitig die Lösungsmittel mittels Wärme zum Verdunsten bringt und dann wiedergewinnt. In der Zeichnung (Fig. 12) ist ein Vertikalschnitt des Apparates schematisch dargestellt.

Von dem Behälter *a* aus fließt die Mischung, durch das Rohr *b* bei *c* austretend, auf eine sich fortbewegende glatte Fläche, den Zylindermantel *d*, welcher sich mit gleichmäßiger Geschwindigkeit um seine Achse *e* dreht. Um den sich bildenden weichen Faden rascher zum Erhärten zu bringen, ist über dem sich in der Richtung des Pfeiles drehenden Zylindermantel *d* unmittelbar hinter der Ausflußspitze *c*, einen großen Teil seines Umfanges überdeckend, ein Wärme abgebender fester Mantel *f* angeordnet, welcher durch ein Dampfrohr *g* auf hoher Temperatur erhalten wird. Durch die von ihm ausstrahlende Wärme werden die Lösungsmittel des Fadenbandes auf dem Zylindermantel *d* rasch verdampft, und der Faden erhält feste Konsistenz. Die verdampften Lösungsmittel werden infolge der Drehung des Zylindermantels *d* nach dem Raum *h* getrieben, wo sie durch ein den Zylinder *d* umgebendes Kühlgefäß wieder verflüssigt werden und am Boden bei *i* abfließen. Im Kühlraum *s* sind mehrere durchbrochene Flächen *v* angebracht, um die Dämpfe der Lösungsmittel soviel als möglich den Kühlflächen zuzuführen. Der heiße Verdampfungsmantel *f* ist vom Kühlraum *h* durch Wärmeschutzmasse *w* getrennt, ebenso ist der Heizmantel *f* nach außen hin durch einen Mantel aus Wärmeschutzmasse *w*₁ isoliert. Der gebildete feste Faden *n* wird aus dem sonst überall geschlossenen Apparat zwischen den Punkten *l* und *m* von dem Zylinder-

mantel ständig abgezogen, von welchem er sich leicht ablösen läßt. Sollte der Faden reißen, so wird durch die sich drehende Bürste *t*, welche gegen den Zylindermantel arbeitet, der Faden hinweggenommen, also ein Weitergehen der abgerissenen Stücke verhindert. Die Filzscheibe *z* liegt fest an dem Mantel an, um die Feuchtigkeit von ihm aufzunehmen. Läßt man an der Ausflußöffnung *c* noch einen bereits fertigen Faden aus beliebigem anderen Stoff, z. B. Baumwolle oder Wolle, gleichzeitig mit einlaufen, so erhält man einen Mischfaden, der ebenso bei *l* abgezogen wird, oder man kann auch den Faden vor dem Einlaufenlassen gleich mit der Mischung imprägnieren und durch den Apparat gehen lassen. Statt einer sich bewegenden Fläche kann man zur Bildung des Fadens auch eine bewegliche Ausflußöffnung neben einer feststehenden glatten Fläche anwenden.

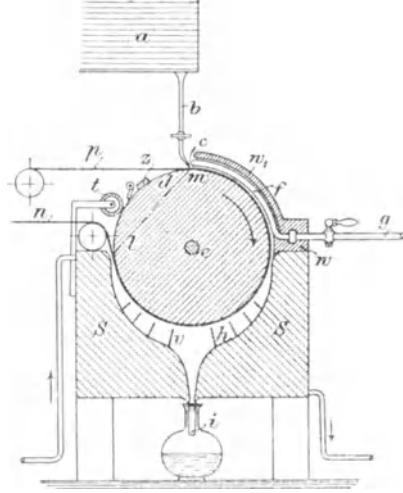


Fig. 12.

Patentansprüche: 1. Die Herstellung eines Grundstoffes für künstliche Fäden, gekennzeichnet durch die Behandlung von Seidenpapier, Baumwolle, Zellulose, Spinnereiabfall mit einer ammoniakalischen Kupferlösung, darauffolgende Nitrierung und durch die Mischung so erhaltener Nitrozellulose mit Leinöl unter Anwendung von Holzgeist, evtl. unter Zusatz von Kopal, Sandarak mit Verwendung von Schwefeläther und einem die Verbrennung hindernden Mittel, wie essigsauerm Natron, Ammoniaksalzen, gelöst in Weingeist.

2. Die Wiedergewinnung der unter 1. genannten Lösungsmittel Holzgeist, Äther, Alkohol durch Hindurchführung des Fadens durch einen erwärmten Raum und Kondensierung der Dämpfe durch Abkühlung.

3. Der Apparat zur Erzeugung des Fadens und Wiedergewinnung der unter 2. genannten Lösungsmittel, bestehend aus einem die Mischung zuführenden Rohre *b*, dem sich drehenden Zylindermantel *d* in Verbindung mit dem Wärme abgebenden Mantel *f*, dem Kühlraum *h*, der Bürste *t*.

4. Die Erzeugung eines Mischfadens durch Mitlaufenlassen eines fertigen Fadens aus anderem Material durch diesen Apparat.

11. Dr. Fr. Lehner, Augsburg. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 58 508 Kl. 29 vom 16. IX. 1890 (gelöscht), auch schweiz. P. 3740.

Seidenabfälle jeglicher Art, auch die bei der Florettspinnerei abfallenden flockigen unverspinnbaren Rückstände werden gut gereinigt

und 24 Stunden lang mit konz. Kali- oder Natronlösung oder auch Kupferoxydammoniak digeriert, wobei die Seidensubstanz sich auflöst. Die erhaltene Seidenlösung wird filtriert, mit Wasser verdünnt und darauf mit einer Säure neutralisiert, worauf wieder die Substanz der Seide (ein Gemisch von Fibroin und Serizin) in Form feiner Fädchen, schwach rötlich gefärbt, langsam sich ausscheidet. Die so erhaltene reine Seidensubstanz wird mit Wasser gut ausgewaschen, leicht abgepreßt und in konz. Essigsäure (1 T. auf 5 T.) aufgelöst. Dies sei die „Lösung A“. Ferner wird Zellulose, Seidenpapier, Baumwolle oder Spinnereiabfall mit ammoniakalischer Kupferlösung $\frac{1}{4}$ Stunde lang mazeriert, abgepreßt, gut mit Wasser ausgewaschen und auf die gewöhnliche Art nitriert. Die so erhaltene Nitrozellulose wird nun in einer Mischung von Holzgeist oder Äther (3 T.) und Ätherschwefelsäure (1 T.) aufgelöst. Letztere wird dadurch erhalten, daß 2 T. starker Alkohol und 1 T. Schwefelsäure von 66° Bé gemischt und allmählich auf 100° erwärmt werden. In dem Gemisch von Holzgeist, Äther und Ätherschwefelsäure (100 T.) wird nun die Nitrozellulose (8 T.) aufgelöst und 1 Stunde lang auf 30° C erwärmt. Es entweicht dabei Salpeteräther und es findet eine Denitrierung der gelösten Nitrozellulose statt. Dies ist die zweite „Lösung B“. Die erwähnten beiden Lösungen (A und B) werden vereinigt, und zwar in dem Maße, daß auf 5 T. Nitrozellulose 1 T. Seidensubstanz kommt. Aus der so erhaltenen Mischung wird durch einfaches Austretenlassen aus einer feinen Öffnung in eine Erstarrungsflüssigkeit, am besten Terpentinöl, Wacholderöl, Petroleum, Benzin, Benzol, flüssige Kohlenwasserstoffe, Chloroform, der Faden gebildet.

Hierzu dient der abgebildete Apparat (Fig. 13). *A* ist der Behälter für die Mischung, welche durch das Rohr *b* in den Glaszylinder *D* eintritt. Das Rohr *b* ist bei *c* unterbrochen und durch einen einfach darübergezogenen Gummischlauch wieder vereinigt, um es beweglich zu machen; bei *e* ist es etwas fein ausgezogen, und hier fließt die Mischung in den mit einer der genannten Erstarrungsflüssigkeiten gefüllten Zylinder *D* langsam aus. Der Glaszylinder *D* ist unten mit einem doppelt durchbohrten Kork geschlossen, durch welchen zwei Rohre gehen. Oben ist er lose mit einem Deckel bedeckt. Durch das Rohr *f* fließt stetig aus dem Behälter *G* ganz wenig neue Erstarrungsflüssigkeit zu und durch das Rohr *i* mit den darin aufgelösten Lösungsmitteln der Mischung wieder ab. Das Rohr *i* geht in ein weiteres, oben leicht mit einem Deckel geschlossenes, nicht luftdichtes Rohr *l*, welches in gleicher Höhe mit dem Zylinder *D* sich befindet. Durch das Rohr *m* findet ein gleichmäßiges Abfließen der gemischten Flüssigkeiten in stets gleichbleibender Niveauhöhe in *D* und *l* statt; sie fließen in den Behälter *O*, welcher durch einen Hahn *n* entleert werden kann. Das Stativ *P* hält durch Klammern den Zylinder *D* und das Rohr *l*. Der Faden *Z* wickelt sich auf eine Fadentrommel *Q* auf, welche mit einer Schnurscheibe *r* versehen ist und eine gleichmäßige Umdrehung erhält. Die Trommel kann mit der aufgewickelten Seide von den Lagern *S* abgehoben werden. *U* ist ein gabelförmiger Fadenführer, welcher eine hin- und hergehende Bewegung durch die Leitstange *v* erhält, welche am Fuß bei *w* und ebenso

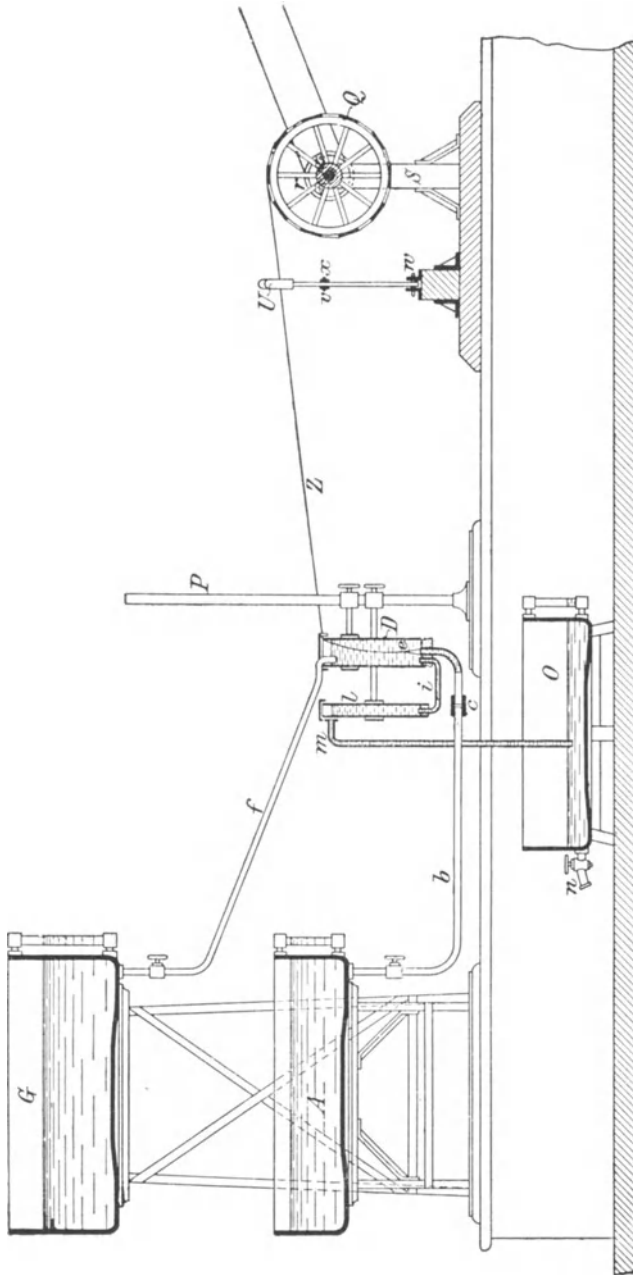


Fig. 13.

bei x beweglich ist. Der Faden, welcher sich zwischen den zwei Gabeln befindet, wickelt sich kreuzweise bei Q auf. Die Bildung des Fadens geht so vor sich, daß zuerst bei e ein ganz dicker Faden Z austritt. Dieser wird mittels eines Drahtes gefaßt, langsam aus D gezogen und durch den Fadenführer U auf die Fadentrommel Q gelegt. Es wickelt sich nun ständig der Faden weiter auf, und zwar je nach der Umdrehungsgeschwindigkeit der Lattenspule feiner oder gröber. Der Faden Z ist bei e dick und ganz weich, wird aber durch das Ausziehen rasch dünner und fester und hat nach Zurücklegen etwa des ersten Drittels seines Weges innerhalb D die nötige Feinheit und nach Zurücklegung der zwei anderen Drittel die Hauptmenge seiner Lösungsmittel verloren und Festigkeit gewonnen. Die Druckdifferenz zwischen dem Behälter und der Flüssigkeitshöhe in D darf nur einige Zentimeter betragen.

Die weitere Behandlung des gebildeten Fadens bezweckt die Denitrierung des Pyroxylyns und Entfernung des anhängenden Terpentinöls oder Petroleums. Zu diesem Behufe wird der Faden etwa 1 Stunde lang mit Wasser auf etwa 80°C erwärmt. Durch die in dem Faden befindliche freie Ätherschwefelsäure und ihre Zersetzung tritt eine weitere Denitrierung des Pyroxylyns ein. Der Faden wird hierauf gut in Wasser gespült und einige Tage in eine etwa 10%ige Wasserglaslösung gelegt, wodurch die noch anhaftende Schwefelsäure neutralisiert wird und die dabei ausgeschiedene Kieselsäure die Poren des Fadens erfüllt und den Faden noch schwerer verbrennlich macht. Oder es wird eine Neutralisation der Schwefelsäure dadurch vorgenommen, daß der Faden vor dem Waschen mit Wasser etwa 24 Stunden lang in eine Ammoniakflüssigkeit vom spez. Gew. 0,975 eingelegt wird; hierauf wird der Faden an der Luft getrocknet. Bei vorliegendem Verfahren löst sich die Hauptmasse des Lösungsmittels der Mischung in der Erstarrungsflüssigkeit auf und kann aus ihr wieder leicht durch Destillation gewonnen werden.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß man Mischungen von aufgelöster natürlicher Seide und in Holzgeist, Äther, Ätherschwefelsäure aufgelöster Nitrozellulose aus enger Öffnung in eine Erstarrungsflüssigkeit: Terpentinöl, Wacholderöl, Petroleum, Benzin, Benzol, flüssige Kohlenwasserstoffe, Chloroform, austreten läßt und in ihr den Faden durch mehr oder weniger rasches Abziehen mehr oder weniger fein auszieht; hierbei die Wiedergewinnung des sich in der Erstarrungsflüssigkeit lösenden Lösungsmittels der Mischung durch Destillation.

2. Zur Ausführung des unter 1. gekennzeichneten Verfahrens ein Apparat, bestehend aus einem Behälter D , in welchen die Erstarrungsflüssigkeit durch Rohr f eingeleitet und mittels des mit D kommunizierenden Rohres l mit Ablaufrohr in stets gleichbleibender Höhe erhalten wird, während die Mischung durch die enge Öffnung e des Behälters D einfließt und der sich bildende Faden, von der rotierenden Fadentrommel aufgenommen, aus der Flüssigkeit gezogen wird.

In dem schweiz. P. 4984 beschreibt Lehner eine Vorrichtung, welche die erzeugten Fäden sofort nach ihrer Erzeugung für sich allein oder mit einem Faden aus Seide, Wolle, Baumwolle oder sonstiger

Spinnfaser verzwirnt, ohne, wie es bisher der Fall war, die Fäden vorher auf einen Haspel aufzuwickeln. Der Haspel kommt ganz in Wegfall und wird durch eine Abzugsvorrichtung ersetzt; außerdem wird vor dem Verzwirnen der Faden mit einer Flüssigkeit imprägniert, die ein Denitrieren bewirkt.

12. Dr. Fr. Lehner, Zürich. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus nitrierter Zellulose.

D.R.P. 82 555 Kl. 29 vom 15. XI. 1894 (gelöscht).

Auf geeignete Art hergestellte reine Tri- und Tetranitrozellulose wird in noch schwefelsäurefeuchtem Zustande mit einem vulkanisierten trocknenden Öle vermischt. Die Herstellung des letztgenannten Produktes, zu welchem jedes an der Luft trocknende Öl angewendet werden kann (z. B. Baumwollsamönl, Mohnöl, Hanföl, Leinöl, Nußöl, Dotteröl, Rizinusöl, Rottannenöl), geschieht in folgender Weise: Das zu verarbeitende Öl wird zur Hälfte seines Gewichtes mit Schwefeläther verdünnt, um eine zu heftige Reaktion zu vermeiden, und dazu langsam, unter fortwährendem Umschütteln 10–20% Chlorschwefel gesetzt, je nach der Beschaffenheit des Öls und der gewünschten Dickigkeit. Es findet in kurzer Zeit Reaktion und Ausscheidung eines gelben Produktes statt. Letzteres setzt sich sehr rasch, und die dicke, klare, gelbe Flüssigkeit wird durch Dekantieren davon getrennt. Von dieser so erhaltenen chemisch umgewandelten Flüssigkeit werden etwa 10% von dem Gewichte der säurefeuchten Nitrozellulose zugesetzt. Die Mischung, in der etwa fünffachen Gewichtsmenge Holzgeist, Aceton oder Äther-Alkohol gelöst und filtriert, gibt das Rohmaterial zur Erzeugung der künstlichen Fäden. Diese werden dadurch erhalten, daß man die flüssige Masse aus weiten Glasröhren von $\frac{1}{4}$ – $\frac{1}{2}$ mm Durchmesser der Ausflußöffnung durch die eigene Schwere in eine Flüssigkeit oder auch direkt in die Luft austreten läßt. Es findet dabei sofortige Erstarrung statt, und durch größere oder geringere Schnelligkeit des Ab- und Ausziehens werden mehr oder weniger feine Fäden erhalten, welche an derselben Maschine unmittelbar verzwirnt werden.

Die so erzeugten gezwirnten Fäden werden so bald als möglich auf geeigneten Spulen oder im abgehaspelten Zustande in Wasser längere Zeit erwärmt. Es wird dadurch die darin enthaltene freie Säure größtenteils entfernt, die Lösungsmittel Äther, Alkohol usw. ausgetrieben, teilweise dabei wieder erhalten, die Verbindung der Nitrozellulose mit den fetten Ölen in mechanischer und chemischer Hinsicht fester gestaltet und auch dem Faden damit bedeutend größere Festigkeit erteilt. Das erhaltene Produkt ist aber noch zu leicht brennbar. Auch läßt es sich schwer oder gar nicht auf die gewöhnliche Art und Weise färben und wird deshalb einer Desoxydation unterworfen. Eine geeignete Desoxydationsflüssigkeit bereitet man auf folgende Weise:

Konzentriertes Ammoniumsulfhydrat, in bekannter Weise hergestellt, wird mit Wasser bis zu etwa 10% verdünnt und darin ein beliebiges neutrales Magnesiumsalz in ungefähr äquivalentem Verhältnis aufgelöst. In diese Flüssigkeit werden die Fäden bei etwa 40° C solange einge-

taucht, bis sich unter dem Mikroskope in polarisiertem Lichte die Regenbogenfarben der Zellulose zeigen. Nach darauffolgendem Waschen in viel Wasser und Trocknen ist der Faden fertig. Durch die Zugabe des Magnesiumsalzes wird die so schädlich wirkende, immer vorhandene Alkalität des Schwefelammoniums beseitigt, da das bei der Verwendung sich bildende Magnesiumoxyd nur sehr schwach basische, die Faser wenig angreifende Eigenschaften hat. Es findet keine Magnesiumausscheidung statt, weil das Magnesiumoxyd sogleich in Verbindung mit den vorhandenen Ammoniaksalzen tritt. Ebenso findet bis zu einem gewissen Grade auch keine Schwefelausscheidung statt. Der Schwefel löst sich zunächst in der Flüssigkeit; ist jedoch eine gewisse Grenze erreicht, so scheidet sich beim ruhigen Abkühlen der Lösung Schwefel im kristallinen Zustande aus und kann technisch nutzbar gemacht werden. An Stelle des Ammoniumsulfhydrates kann auch Kalium- oder Natriumsulfhydrat mit einem Magnesiumsalze Verwendung finden. Hier ist, um eine Ausfällung der Magnesia zu verhindern, ein beliebiges geeignetes Ammoniak Salz noch hinzuzufügen, wodurch ein lösliches Ammonium-Magnesiumsalz sich bildet.

Ogleich in dem Vorstehenden von einer Desoxydation der Nitrozellulose gesprochen und ihr Überführen durch Reduktion mit Schwefelammonium in reine Zellulose allgemein angenommen wird, hat sich doch gezeigt, daß stets eine noch Stickstoff enthaltende Verbindung erhalten wird. Diese ist wegen ihres Gehaltes an Stickstoff keine Zellulose, andererseits ihren Eigenschaften nach aber auch keine Nitrozellulose oder eine Amidverbindung.

Die auf obige Weise hergestellten Fäden zeigen den vollständigen Glanz der natürlichen Seidenfäden; ihre Brennbarkeit ist nicht größer als die von Baumwollfäden.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus nitrierter Zellulose, darin bestehend, daß schwefelsäurefeuchte reine Tri- und Tetranitrozellulose in Verbindung mit einem vulkanisierten trocknenden Öl in einem der bekannten Lösungsmittel aufgelöst und die Lösung zu Fäden ausgezogen wird.

2. Die Weiterbehandlung der nach Anspruch 1 hergestellten Fäden mit kochendem Wasser, zum Zweck der Abtrennung der Säure und der restierenden Lösungsmittel und der Verharzung des vulkanisierten Öls.

3. Die Desoxydation der nach Anspruch 1 und 2 hergestellten Fäden mittels Alkalisulfhydrates und eines Magnesiumsalzes, welchem eventuell noch ein Ammoniumsalz beizufügen ist.

Zur Erzielung eines gleichmäßigen und festen Fadens ist es nach dem Ver. St. Amer. P. 562 626 Lehnerts vorteilhaft, die gereinigte Zellulose in das Nitrierbad in einzelnen Anteilen einzutragen und bei jedem Eintragen die Temperatur etwas zu steigern, und zwar so, daß die Temperatur des Nitrierbades, die anfangs 30° C war, am Schlusse 40° C beträgt. Es soll auf diese Weise ein nur aus Tri- und Tetranitrozellulose bestehendes Gemisch entstehen. Das Nitrierungsprodukt wird durch Zentrifugieren und durch Waschen mit Schwefelsäure vom spez.

Gew. 1,35 von aller Salpetersäure befreit und, ohne mit Wasser in Berührung gekommen zu sein, säurefeucht gelöst.

Die Herstellung der Spinnlösung und das Schwerverbrennlichmachen der erzeugten Faser behandeln folgende Patente:

Nach Petit.

13. A. Petit, Paris. Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 15 343¹⁹⁰⁰; schweiz. P. 22 503; Ver. St. Amer. P. 665 975.

Ungefähr 100 Gewte. trockene Nitrozellulose, in Ätheralkohol gelöst, 7 Gewte. Gummilösung und 5 Gewte. Zinnchlorür oder eines anderen Zinnsalzes werden innig gemischt, u. U. filtriert und unter Druck aus Spinnöffnungen ausgepreßt. Das Produkt bedarf infolge der Anwesenheit des Zinnsalzes keiner Denitrirung, es ist unempfindlich gegen Wasser und soll das Aussehen und die Festigkeit der natürlichen Rohseide haben.

Nach Sénéchal de la Grange.

14. E. Sénéchal de la Grange, Paris. Künstliche Seide.

Schweiz. P. 22 680; brit. P. 16 332¹⁹⁰⁰.

100 kg trockene Nitrozellulose werden in 500 l Ätheralkohol gelöst, mit mindestens 15 kg einer 25%igen Lösung von Kautschuk in Benzin versetzt und dazu 7 kg Zinnchlorür gegeben. Das Ganze wird gut durchgemischt, filtriert und in üblicher Weise versponnen. Die Seide ist sehr schwer entflammbar.

Nach Valette.

15. R. Valette, Lyon. Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 20 637¹⁹⁰⁴; franz. P. 344 660.

Die bekannte, aus einer Lösung von Nitrozellulose in einem Gemisch gleicher Teile Äther und Alkohol hergestellte Kunstseide muß denitriert werden, wobei ein Gewichtsverlust von etwa 30% eintritt. Nach vorliegendem Verfahren wird ein Gemisch vorteilhaft gleicher Teile von Aceton und Methyl- oder Äthylalkohol, dem Eisessig zugesetzt sein kann, als Lösungsmittel verwendet. Die mit Nitrozellulose erhaltene viskose Masse wird mit Ammoniumnitrit versetzt, wodurch sie, ohne ihre ursprünglichen Eigenschaften oder ihr Gewicht zu verändern, unentzündbar und nicht explosiv wird.

Nach Turgard.

16. H. D. Turgard. Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 344 845.

100 g Nitrozellulose werden mit 2400 ccm Alkohol von 90–95°, 600 ccm Eisessig, 3 g Albumin und 7,5 g Rizinusöl versetzt, die Mischung wird gut durchgearbeitet, filtriert und aus Öffnungen von gewünschter

Größe in eine 1%ige Alaunlösung ausgepreßt. Die erhaltenen Fäden kleben nicht zusammen und sind nach dem Denitrieren fertig zum Bleichen und Färben.

Nach Cazeneuve.

17. P. Caseneuve. Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 346 693.

Als Lösungsmittel für Nitrozellulose wird Aceton ohne Zusatz von Methyl- oder Äthylalkohol, Äther, Essigsäure oder Essigäther angewendet. Zum Denitrieren des Nitrozellulosefadens wird eine mit Formaldehyd versetzte Lösung von Natriumnitrit verwendet.

18. Nach dem Zusatz 3862 zu obigem Patent

wird die Denitrierung nicht nach dem Spinnen vorgenommen, sondern durch Zusatz von Sulhydraten oder Sulfiden von Metallen, besonders Ammonium, Magnesium und Natrium, zu der Acetonlösung bewirkt. Es scheinen sich Aminonitrozellulosen zu bilden, welche in dem Aceton gelöst bleiben und spinnbar sind.

19. P. Cazeneuve. Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 350 723.

Als Lösungsmittel für Nitrozellulose wird mit Kaliumpermanganat von empyreumatischen Stoffen befreites und über Ätzkalk destilliertes, reines, wasserfreies Aceton verwendet. 2—3 T. solchen Acetons geben mit 1 T. Nitrozellulose eine durchsichtige, viskose Masse, die nach dem Filtrieren unter einem Druck von 50—60 kg auf den Quadratzentimeter aus Spinddüsen von $\frac{7}{100}$ — $\frac{9}{100}$ mm Durchmesser in einem feuchten Raum von 15—20° gesponnen wird. Die Fäden werden dann, um ihnen Glanz zu geben, bei 15—20° mit Ammoniak behandelt und mit Ammoniumsulfid oder -sulphydrat denitriert. Andere lösliche Sulfide wirken nicht so günstig. Zur Wiedergewinnung des Acetons dient eine analoge Apparatur, wie sie bei der Schwefelkohlenstoffherstellung zur Kondensation verwendet wird.

20. Nach dem Zusatz 4445 zu vorstehendem Patent

wird die Nitroseide vor dem Denitrieren mit Ammoniumsulfhydratlösung 10 Minuten bis $\frac{1}{4}$ Stunde in einer Atmosphäre von Ammoniumsulfhydrat belassen. Der Faden soll dadurch an Glanz und Festigkeit gewinnen.

Nach Gorrard.

21. G. Gorrard. Verfahren zur Herstellung unentzündlicher künstlicher Seide.

Franz. P. 354 424; brit. P. 6166¹⁹⁰⁶.

Als Lösungsmittel für die Nitrozellulose dient ein Gemisch von Aceton, Amylalkohol und Essigäther. Das damit erzeugte Kollodium wird mit wenig Essigsäure versetzt, in der gebräuchlichen Weise ver-

spinnen und mit Ammoniumsulfhydrat denitriert. Die Essigsäure beschleunigt und erleichtert die Denitrierung.

Das brit. P. nennt statt Essigäther Essigsäureanhydrid.

Nach Germain.

22. P. Germain. Kautschukierte Kunstseide.

Franz. P. 355 016.

Nitrozellulose wird in Acetonöl oder einem anderen analogen Mittel gelöst und diese Lösung mit Kautschuklösung oder der Lösung eines analogen Gummis versetzt. Die Mischung wird in Wasser, Pflanzen- oder Mineralöl gesponnen, wodurch Fäden erhalten werden, die schnell trocknen. Die Fäden sind glänzend, widerstandsfähig, elastisch und luftbeständiger als denitrierte Kunstseide. Sie verbrennen langsam unter Abscheidung von Kohle wie Naturseide. Nach einiger Zeit enthalten sie keine Spur Salpetersäure mehr, diese ist zur Oxydation des Kautschuks verbraucht worden.

23. P. Germain. Verbesserungen in der Herstellung von Kunstseide.

Franz. P. 360 395.

Nitrozellulose wird mit Zelluloidabfällen oder Naphthalin und unter Umständen noch Farbstoffen zusammen in gereinigtem Aceton gelöst, dazu feingepulvertes Bariumsulfat gegeben und die Mischung zu Fäden verarbeitet. Die Fäden werden in Schwefelsäure gebracht, wodurch sie hart werden und das Aceton entfernt wird. Die Seide soll keiner Denitrierung bedürfen, widerstandsfähig gegen Feuchtigkeit sein und in ihren Eigenschaften der Naturseide nahekommen.

Nach Cahen.

24. G. Cahen. Neues Produkt zur Herstellung künstlicher Fäden usw. und Verfahren zu seiner Herstellung.

Franz. P. 434 868.

Das Verfahren besteht darin, daß zu Kollodium Aluminiumsalze, Natriumformiat, Salpetersäure und Wasser zugesetzt werden. Für künstliche Fäden werden z. B. genommen: Kollodium 100 Gewte., Chloraluminium 20 Gewte., Natriumformiat 4—10 Gewte., Salpetersäure 6 Gewte., Wasser 40—80 Gewte. Man rührt mehrere Stunden stark durch, bis die viskose Masse vollkommen homogen geworden und flüssig wie Glyzerin oder dickes Öl ist. Man läßt mehrere Stunden stehen und dekantiert oder filtriert. Das Produkt ist dann fertig zum Gebrauch. Es läßt sich ohne Druck verspinnen, fließt nur durch seine Schwere aus den Spinnöffnungen aus und erstarrt an der Luft beinahe beim Austreten aus den Spinndüsen. Die erhaltenen Fäden sind nach der Denitrierung mittels z. B. Ammoniumsulfhydrat weich, elastisch und widerstandsfähig; ihre Wasserfestigkeit ist größer als die nach anderen Verfahren hergestellter Fäden.

Nach Shrager-Lance.

25. C. Shrager, London und R. D. Lance, Vernouillet, Seine et Oise. Verfahren zur Herstellung von Nitrozellulosekunstseide. D.R.P. 271 747 Kl. 29b vom 14. IV. 1912 (gelöscht); franz. P. 453 652; brit. P. 8283¹⁹¹³; schweiz. P. 64 685; belg. P. 255 026; Ver. St. Amer. P. 1 398 525.

Bekanntlich ist die Nitrozelluloseseide in trockenem und insbesondere in feuchtem Zustande weniger widerstandsfähig als Naturseide. Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Nitrozellulosekunstseide von großer Haltbarkeit, aus der Gewebe hergestellt werden können, die in kochendem Wasser gewaschen werden können. Das Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß man der Kunstseide Metallresinate, z. B. Zinkresinat oder Magnesiumresinat oder ein Gemisch beider zusetzt, die einen sehr hohen Schmelzpunkt besitzen, wobei, um ein schmiegsames Endprodukt zu erhalten, der Gehalt der Lösung an Resinaten zweckmäßig nicht über 20% beträgt. Man kann den Resinatzusatz aber auch über diesen Betrag hinaus steigern, wenn man dem Gemisch von Nitrozellulose mit den Resinaten stark oxydierte trocknende Öle, Stearin, Elaidin oder ein Gemisch dieser Körper zusetzt. Bekanntlich wird der Schmelzpunkt von Harzen, Balsamen und Gummiharzen durch Zusatz von Zinkoxyd oder Magnesiumoxyd wesentlich erhöht. So bewirkt ein Zusatz von 4% Zinkoxyd bei Kolophonium eine Erhöhung des Schmelzpunktes von 70° auf 125°, ein Zusatz von 8% eine solche auf 170°, d. h. auf eine Höhe, die das Harz gegen eine Temperatur von 100° widerstandsfähig macht, so daß es nicht in einem für die Seide schädlichem Maße erweicht. In der Kälte machen die Resinate die Seide wasserdicht und verleihen ihr eine große Festigkeit; gleichzeitig machen sie sie gegen das Waschen mit Seife und mit Alkalikarbonaten unempfindlich.

Die Resinate stellt man folgendermaßen dar: Man löst Harz, Balsam, Gummiharz oder ein Gemisch von diesen in Äther. Dann werden Oxyde oder Hydroxyde von Zink, Magnesium oder ein Gemisch davon in dem durch das zu erzielende Produkt bestimmten Verhältnis zugesetzt und das Ganze bis zu vollständiger Lösung geschüttelt. Man löst z. B. 1 kg gereinigtes Kolophonium in einer nicht mit Wasser mischbaren Flüssigkeit (Äther, Benzin o. dgl.) auf. Man erhält die Lösung A. Man löst andererseits 300 g reines Zinksulfat in 600 g destillierten Wassers. Man erhält die Lösung B. Die beiden Lösungen A und B befinden sich in einem geschlossenen Behälter mit Rührwerk, zweckmäßig einem rotierenden Zylinder mit hohlem Drehzapfen und Kieselstein- oder Porzellankugeln; man läßt ihnen durch den hohlen Zapfen während der Drehung eine solche Menge Natronlauge zufließen, die genügt, um das Zinksulfat vollständig umzusetzen. Durch das Rühren wird das Oxydhydrat mit dem gelösten Harz in innige Berührung gebracht und verbindet sich mit ihm unter Wasserabscheidung zu Zinkresinat. Ersetzt man das Zinksulfat durch die Sulfate von Aluminium, Magnesium, Wolfram usw. oder ein Gemisch dieser Sulfate in dem richtigen Verhältnis, so erhält man die entsprechenden, u. U. komplexe Resinate.

Wenn sich das oder die Resinate gebildet haben, was man an einer herausgenommenen Probe feststellt, wird der ganze Inhalt des Behälters in einen geschlossenen Dekantiertrog übergeführt und die obere, aus den resinathaltigen Lösungen bestehende Schicht abgezogen. Die wässrige, natronsulfathaltige Lösung wird abgegossen. Der Zusatz des oder der Metallresinate, in Äther oder Benzol gelöst, zur Nitrozellulose geschieht in folgender Weise: Wenn das Kollodium z. B. 600 g Äther auf 400 g Alkohol und 150 g Nitrozellulose enthalten soll, so verwendet man folgende Mengen: Nitrozellulose 150 g, Resinatlösung 120 ccm, Äther 480 ccm, Alkohol 400 ccm. In einem solchen Gemisch löst sich die Nitrozellulose leicht und schnell auf. Setzt man zu den Zink- oder Magnesiumresinaten oder deren Gemisch Aluminium- oder Wolframresinat hinzu, wenn auch nur in geringer Menge (0,5%), so wird die Brennbarkeit der mit Nitrozellulose erhaltenen Produkte herabgesetzt und infolgedessen die Denitrirung teilweise oder ganz entbehrlich gemacht.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Nitrozellulosekunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß man der Kunstseide Metallresinate, z. B. Zinkresinat oder Magnesiumresinat, die einen sehr hohen Schmelzpunkt besitzen, oder ein Gemisch beider zusetzt, zum Zweck, eine Kunstseide zu erhalten, die der Einwirkung von kochendem Wasser widersteht und gleichzeitig eine verringerte Entzündlichkeit aufweist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt der Lösung an Resinaten nicht über 20% beträgt, um die Schmiegsamkeit des Endproduktes nicht herabzusetzen.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man dem Gemisch von Nitrozellulose und Resinaten stark oxydierte trocknende Öle, Stearin, Elaidin oder ein Gemisch dieser Körper zusetzt, zum Zweck, eine Erhöhung des Resinatzusatzes zu ermöglichen und trotzdem ein schmiegsames Endprodukt zu erhalten.

Nach den ausländischen Patenten wird auch Viskoseseide mit Resinatzusatz hergestellt. Der Schwefelkohlenstoff, der das oder die Resinate enthält, dient zur Behandlung der Alkalizellulose. Das Spinnen der mit Resinat versetzten Viskose erfolgt in denselben Bädern wie bei gewöhnlicher Viskose.

Nach Société La Setaoid.

26. Société La Setaoid. Verfahren zur Herstellung seidenartig aussehender Fäden.

Franz. P. 478 461.

Einem Nitrozellulosepräparat, welches in der Mischung von Alkohol und Äther oder einem anderen üblichen Lösungsmittel löslich ist, setzt man Aluminiumchlorid und -nitrat, Aluminiumphosphate und Natriumformiat¹⁾ in Mengen zu, daß eine Masse von geeigneter Flüssigkeit

¹⁾ Eine ebenso zusammengesetzte Spinnlösung wird von F. L. Godet in dem franz. P. 541 653 verwendet.

erhalten wird, die sich an freier Luft, z. B. mit der in Fig. 14 veranschaulichten Vorrichtung verspinnen läßt. Auf 10 kg Präparat geben folgende Mengen gute Resultate, man kann sie aber in gewissen Grenzen abändern: wasserfreies Aluminiumchlorid 300 g, gereinigtes Aluminiumchlorid 100 g, Natriumformiat 80 g, Aluminiumphosphate 80 g. Je nach der gewünschten Flüssigkeit setzt man Wasser, Alkohol oder

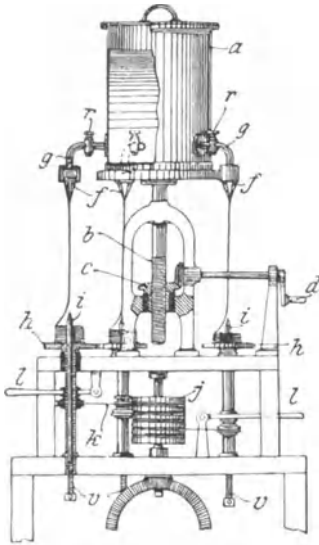


Fig. 14.

Äther zu. Man bringt die Spinnlösung in den Behälter *a*, der von der zentralen Schraube *b* getragen wird. Die Höhe von *b* wird durch das Zahnrad *c* und die Kurbel *d* eingestellt. Am Boden von *a* befinden sich Röhren *g* mit Hähnen *r*, welche nach unten gerichtete Spinndüsen tragen, von denen eine links auf der Figur im Schnitt dargestellt ist. Jede Spinndüse besteht aus Röhren *f*, die sich nach unten zusammenneigen und in Kapillaröffnungen endigen. Die beim Ausstreten aus den Spinndüsen noch flüssigen Fäden haften aneinander und senken sich auf die in Umdrehung versetzten Platten *h*, welche in der Mitte Stäbe *i* tragen. Es bilden sich Kokons, die Stäbe *i* können nach und nach durch die Schrauben *v* gehoben werden. Die Platten *h* erhalten von der Walze *j* aus durch Schnuren *k* Antrieb, durch *l* können sie

ausgedrückt werden. Den erhaltenen Fäden wird Widerstandsfähigkeit gegen Feuchtigkeit nachgerühmt.

Eine ähnliche Vorrichtung beschreibt das franz. P. 478 315 derselben Firma.

Nach Lilienfeld.

27. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren, Fäden aus Zellulose oder ihren Derivaten schmiegsam zu machen.

Brit. P. 14 142¹⁹¹¹.

Der Nitrozellulose-, Acetylzellulose-, Viskose- oder anderen Spinnmasse werden Polyfettsäuren wie Polyrizinusölsäure zugesetzt.

Nach Kazuta Kishi.

28. Kazuta Kishi. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide.

* Franz. P. 473 986.

Zellulose vom Papiermaulbeerbaum wird nitriert, und das Nitroprodukt wird in dem gleichen Gewicht Äther-Alkohol 1:1 gelöst. Dazu setzt man 3–4% Öl von Seidenraupenpuppen, aus welchem die flüchtigen Stoffe durch Erhitzen, bis das Volumen auf $\frac{1}{4}$ vermindert

ist, entfernt sind. Die Lösung wird versponnen und die Seide wird mit Wasser, Alkohol, Salzsäure und gesättigter Kaliumsulfatlösung (?) gewaschen. Das Seidenraupenpuppenöl soll Glanz, Festigkeit und Widerstandsfähigkeit gegen Wasser erhöhen.

Über¹⁾ die Herstellung künstlicher Seide aus Acetylnitrozellulose und aus Gemischen von Nitrozellulose und Acetylzellulose s. S. 591 u. 592, Nr. 703 und Nr. 704.

Die bisher behandelten Verfahren verarbeiten Lösungen von Nitrozellulosen. Abweichend davon wird in dem folgenden Verfahren eine im wesentlichen aus Nitrozellulose bestehende plastische Masse verarbeitet.

Nach Cadoret.

29. Das Verfahren von E. Cadoret setzt sich aus folgenden Maßnahmen zusammen²⁾:

I. Vorbereitung der Zellulose. Baumwollumpen werden mit Sodalösung behandelt, mit Seife gewaschen, gespült und in verdünnte Schwefelsäure eingelegt, danach wieder gewaschen. II. Umwandlung der Zellulose in Nitrozellulose. Die trockene, gereinigte Zellulose wird durch halbstündiges Einlegen in ein Gemisch von 42grädiger Salpetersäure und 66grädiger Schwefelsäure in Dinitrozellulose übergeführt. III. Bleichen der Nitrozellulose. Dies geschieht in einem Gemisch aus 100 kg Chlorkalk, 60 kg Aluminiumsulfat, 27 kg Magnesiumsulfat und 2000 l Wasser. Es bildet sich das unbeständige Aluminium-Magnesiumhypochlorit, welches sehr gut bleicht. Es ist darauf zu achten, daß die Nitrozellulose nach dem Bleichen keinen Kalk mehr enthält. IV. Auflösung der Nitrozellulose. Die gewaschene und mit Hyposulfit entchlorte Nitrozellulose wird durch hydraulischen Druck von Wasser befreit, getrocknet, gepulvert und in einem verzinkten, hermetisch verschlossenen Gefäße auf 50 kg Nitrozellulose mit einem Gemisch aus 0,800 kg Eisessig, 9,200 kg Äther, 18,400 kg Aceton, 6,600 kg Alkohol von 95^o und 3,00 kg Toluol versetzt. Dem Gemisch hat man vorher noch 22 kg Seifenfirnis und 10 kg Rizinusöl zugesetzt. Die Mischung bleibt 24 Stunden sich selbst überlassen, bis sich eine gleichmäßige Paste gebildet hat. V. Verarbeitung der Masse. Die Masse wird auf mit Dampf geheizten Zylindern durchgearbeitet, wobei sie nach 2—3 Stunden konsistent und elastisch wird. Dabei werden 20—25% der angewendeten Lösungsmittel wiedergewonnen. VI. Einverleibung von Stoffen organischen Ursprungs. In der so bearbeiteten Masse läßt man eine Eisessiglösung von Gelatine, Albumin oder anderen Proteinkörpern zufließen und knetet gut durch. VII. Spinnen. Aus der so erhaltenen plastischen Masse werden durch Auspressen aus engen Öffnungen Fäden von $\frac{1}{10}$ — $\frac{1}{20}$ mm Durchmesser hergestellt.

¹⁾ Über das Fällen von Nitrozelluloselösungen mittels verseifbarer Öle vgl. brit. P. 224 404, S. 635.

²⁾ L'industrie textile 1896, S. 227—229.

Mit einer Maschine werden am Tage 2 kg Seide erzeugt. VIII. Passage durch Tannin. Um den Fäden Elastizität zu verleihen, werden sie mit einer Tanninlösung behandelt¹⁾.

Nach Duclaux.

30. J. Duclaux, Paris. Künstliche Fäden, Filme usw.

Brit. P. 184 197 vom 1. II. 1921.

Um nicht trübe werdende Fäden, Filme usw. aus Nitro-, Acetyl-, Butyryl- und anderen Zelluloseestern zu erhalten, wird zu der Lösung des Esters in einem verhältnismäßig flüchtigen organischen Lösungsmittel eine geringe Menge eines nichtflüchtigen organischen, in Wasser löslichen Lösungsmittels gesetzt. Nach Formen des Fadens usw. durch Verdunstenlassen des flüchtigen Lösungsmittels wird das nichtflüchtige Lösungsmittel mit Wasser ausgewaschen. Als nichtflüchtige Lösungsmittel sind genannt Formamid, Acetamid, Chloral, Chloralhydrat, als flüchtige Methyl-, Äthyl-, Butyl-, Amylformiat oder -acetat zusammen mit Methyl- oder Äthylalkohol.

Nach Delpech.

31. J. Delpech. Ökonomisches Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und anderer Gespinnstfasern aus Kollodium.

Franz. P. 548 061 vom 1. III. 1922.

Um zu einer leichten, gut deckenden Seide unter fast vollständiger Wiedergewinnung der Lösungsmittel zu gelangen, verspinnt man mit Kohlensäure beladenes Kollodium an der Luft oder unter einer Koagulierflüssigkeit. Man knetet das Kollodium in Gegenwart schwach komprimierter Kohlensäure, die z. B. unter einem Druck von 5 kg auf den Quadratzentimeter steht, durch und fällt den Faden in einem Bade aus zwei verschiedenen, übereinanderliegenden Flüssigkeiten oder aus nur einer Flüssigkeit. Hat man Äther-Alkohol als Lösungsmittel angewendet, so nimmt man ein Fällbad aus wässriger Chlorkalziumlösung oder der Lösung eines Chlorids, das sowohl in Alkohol als in Wasser löslich ist, und überschichtet es mit Phenol oder Kresol, gegebenenfalls in Wasser, oder mit Glyzerin, Alkohol, einer Sulfosäure, wie Benzolsulfosäure. Die erste Schicht nimmt hauptsächlich den Alkohol auf, die zweite den Äther. Auch eine Phenollösung allein kann als Fällbad verwendet werden, mit oder ohne Sulfoverbindung. Mit Aceton bereitete Kollodien können mit gemischten oder einfachen Bädern koaguliert werden, z. B. mit Chloriden, Phenolen oder Bisulfiten. In letzterem Falle wird auf 30–40° C erwärmt. Die erhaltenen Fäden erweisen sich unter dem Mikroskop als hohl, sie enthalten innen eine Kette verlängerter Gasbläschen.

¹⁾ Vgl. hierzu noch brit. P. 21 485¹⁸⁹² von E. Cadoret und E. Degraide und brit. P. 12 452¹⁸⁹⁶ von E. Cadoret.

32. J. Delpech. Verfahren zur Herstellung von Fäden und Geweben aus Kunstseide.

Franz. P. 579 211 vom 4. VI. 1923.

Bisher werden die von der Spinnmaschine kommenden Stränge abgeteilt, eine Anzahl Fäden wird zusammengefaßt und der Faden wird gezwirnt. Nach der vorliegenden Erfindung wird das Zusammenfassen zu einem Faden und das Zwirnen vor der Denitrirung und dem Entschwefeln vorgenommen. Es wird ferner die undenitrierte Kunstseide verwebt, sie ist sehr elastisch und fest und kann auch in sehr feinen Titers verarbeitet werden. Um das Elektrischwerden beim Weben zu vermeiden, appretiert man den Faden mit einer wasseranziehenden Lösung, z. B. verdünntem Glycerin oder Lösungen von Chlorkalzium oder Chlorzink o. dgl. Das Denitrieren und Bleichen muß unter Bewegung erfolgen, das Trocknen erfolgt unter Spannung.

Nach Bindschedler und Juer.

33. E. Bindschedler, Philadelphia, Pa., und G. Juer, Hopewell, Va. (Tubize Artificial Silk Company of America, Wilmington, Del.) Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und anderer Produkte aus Nitrozellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 441 203 vom 9. I. 1923, angem. 19. XI. 1920.

Zur Herstellung klarer, wolkenfreier Produkte dehydratisiert man Nitrozellulosehydrat mittels Äthylalkohol, löst das noch Alkohol enthaltende Produkt in einem Lösungsmittel, welches ganz oder zum Teil aus trockenem Aceton oder seinen Homologen besteht, gibt dem erhaltenen Kollodium die gewünschte Form und extrahiert schließlich das Lösungsmittel durch Verdampfen in warmer trockener Luft, die nicht mehr als 50% Feuchtigkeit enthält.

34. Dieselben. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und anderer Produkte aus Nitrozellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 441 204 vom 9. I. 1923, angem. 19. XI. 1920.

Nitrozellulose wird in einem Lösungsmittel gelöst, welches ganz oder teilweise aus Aceton oder seinen Homologen besteht; das gewonnene Acetonkollodium wird in die gewünschte Form gebracht und das Lösungsmittel wird dadurch entfernt, daß man das geformte Produkt in eine Flüssigkeit bringt, die mit Aceton mischbar ist, in der aber Nitrozellulose unlöslich ist.

35. Dieselben. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und anderer Produkte aus Nitrozellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 441 205 vom 9. I. 1923, angem. 19. XI. 1920.

Die Extraktion des Lösungsmittels wird abweichend von dem vorstehend angegebenen Verfahren dadurch erreicht, daß das geformte Produkt in eine konzentrierte Lösung eingebracht wird, mit welcher Aceton chemisch reagiert, welche aber Nitrozellulose nicht beeinflusst.

Nach Tubize Artificial Silk Co. of America.

36. Tubize Artificial Silk Co. of America, Philadelphia (E. Bindschedler, Philadelphia, und G. Juer, Hopewell, Virginia). Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseestern.

Brit. P. 211 889 vom 23. II. 1924 (Prior. 24. II. 1923).

Kunstseide und ähnliche Produkte werden aus Zelluloseestern, besonders Zelluloseacetat allein oder in Mischung mit Nitrozellulose, gelöst in Aceton oder seinen Homologen, gegebenenfalls in Mischung mit Alkohol, in der Weise hergestellt, daß der gesponnene Faden während seiner Bildung oder nach dem Aufwickeln auf Spulen o. dgl. mit der Lösung eines anorganischen Stoffes behandelt wird, in welchem das Lösungsmittel, nicht aber der Zelluloseester löslich ist. Verwendet werden z. B. verdünnte Schwefelsäure, Natriumbisulfat oder konzentrierte Chlorkalziumlösung. Bei Mitverwendung von Nitrozellulose muß denitriert werden.

Nach Berl.

37. Dr. E. Berl, Darmstadt. Verfahren zur Herstellung von aus Zellulose und Alkylzellulose bestehenden Gebilden.

D.R.P. 385 962 Kl. 29 b vom 24. IX. 1921; Ver. St. Amer. P. 1 484 004.

Gebilde, wie Fäden oder Filme, aus sekundär abgeschiedener Zellulose, sei es durch Denitrierung von Nitrozellulose, Verseifung von Acetylzellulose oder Abscheidung aus Kupferoxydammoniak- oder Xanthogenatlösungen zeigen den Nachteil einer mehr oder minder großen Wasserempfindlichkeit. Die Reißfestigkeit in nassem Zustande ist bei diesen Gebilden gegenüber der im trockenen Zustande bedeutend herabgesetzt. Damit verbunden ist eine erhöhte Hygroskopizität. Gebilde, welche aus Alkylzellulosen, wie Äthyl- oder Benzylzellulose und deren Homologen, erzeugt sind, weisen den Nachteil schlechter Anfärbbarkeit mit wässrigen Farbstofflösungen auf.

Es wurde gefunden, daß Gebilde mit hervorragenden Eigenschaften, welche die vorerwähnten Nachteile nicht besitzen, entstehen, wenn man sie aus Gemischen von sekundär abgeschiedener Zellulose und Alkylzellulose zusammensetzt. Zweckmäßigerweise kann so vorgegangen werden, daß bei der Herstellung von Nitrokunstseide der Alkohol-Äther- oder Acetonquellung der Nitrozellulose Alkylzellulose, vorteilhaft in Form einer Quellung in mit den Nitrozelluloselösungsmitteln mischbaren Lösungsmitteln, zugesetzt wird. Die erzeugten, noch salpetersäurehaltigen Gebilde werden in bekannter Weise durch Denitrierung von ihrem Salpetersäuregehalt befreit. Die entstehenden Gegenstände, wie Fäden, Filme u. dgl., weisen eine wesentlich erhöhte Wasserfestigkeit gegenüber der unvermischten, sekundär abgeschiedenen Zellulose auf und ergeben eine wesentlich bessere Anfärbbarkeit gegenüber jenen Gebilden, welche aus reiner Alkylzellulose bestehen. Überdies sind die physikalischen Eigenschaften, wie Dehnungsfähigkeit und spezifisches Gewicht, welche dem der Naturseide wesentlich angenähert werden können, günstig beeinflußt.

Beispiel 1: Zu einer Nitrozellulosequellung in Äther-Alkohol werden 25–75% des Gewichtes der trockenen Nitrozellulose an in Alkohol gelöster Äthylzellulose zugefügt, und die Masse nach homogener Vermischung und Filtration auf Kunstseidefäden versponnen. Die Verarbeitung dieser Quellungen kann sowohl nach dem trocknen wie nach dem nassen Spinnverfahren durchgeführt werden. Die erhaltenen Fäden werden durch Sulphydratlösungen von ihrem Stickstoffgehalte befreit.

Beispiel 2: Benzylzellulose wird in Aceton gequollen und zu dieser Quellung eine Quellung von Acetylzellulose in Aceton hinzugesetzt und homogen vermischt. Die entstandene viskose Masse wird auf Film verarbeitet. Die erhaltenen Filme werden nun in einer wässrigen oder schwach alkoholischen Alkalilösung zum Zwecke der Verseifung des Zelluloseacetats behandelt. Der nunmehr aus einem Gemisch von Alkylzellulose und mehr oder minder vollständig verseifter Acetylzellulose bestehende Film wird weiterer Verwendung zugeführt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von aus Zellulose und Alkylzellulose bestehenden Gebilden, dadurch gekennzeichnet, daß einer Quellung eines in organischen Lösungsmitteln löslichen Zelluloseesters Alkylzellulose zweckmäßig in Form einer damit mischbaren Lösung zugefügt wird, worauf die nach entsprechender Formung entstehenden Gebilde durch Denitrierung oder Verseifung in ein Gemisch von Zellulose und Alkylzellulose verwandelt werden.

38. E. Berl, Darmstadt. Verfahren zur Herstellung von Fäden und Filmen aus Zelluloseestern und -äthern.

Brit. P. 230 813 vom 2. III. 1925 (Prior. 17. III. 1924).

Man verwendet nacheinander mehrere Fällbäder, von denen das erste Lösungsmittel in verdünnter Form, die folgenden konzentrierte Lösungen von Salzen wie Kalzium-, Ammonium- oder andere Nitrate, Ammoniumsulfat, Kochsalz, Formiate, Acetate oder Oxalate enthalten. Die ersten Bäder, welche unvollkommen wirkende Lösungsmittel sind, können einen geringen Zusatz von Salzen erhalten, die zum Fixieren in den späteren Bädern dienen, und umgekehrt kann zu den späteren Bädern etwas Lösungsmittel gesetzt werden, zweckmäßig in von Bad zu Bad abnehmenden Mengen, bis schließlich reine Salzlösung benutzt wird. Die Schnelligkeit der Fällung kann durch Veränderung der Zusammensetzung der Bäder und ihrer Temperatur erzielt werden. Das Verfahren ist für das Streckspinnen anwendbar. Es wird z. B. eine Lösung von Nitrozellulose in Äther-Alkohol in ein Bad aus verdünntem Äthyl- oder Methylalkohol gesponnen und danach werden die Fäden in ein Bad aus Kochsalz, Natriumacetat oder Kalziumnitrat gebracht. Oder man spinnst eine Lösung von Acetyl- und Nitrozellulose in ein Gemisch aus Aceton und Tetrachlorkohlenstoff und geht dann in eine konzentrierte Lösung von Ammoniumnitrat. Oder eine Lösung von Methyl- und Acetylzellulose in Methyläthylketon wird in Aceton und Wasser gebracht, dann in eine Lösung von Kalzium- oder Ammoniumnitrat, die Methyläthylketon enthält, und schließlich in reine Salzlösung.

Vorbehandlung von Zellulose für die Nitrierung, Herstellung von Nitrozellulose für künstliche Seide, Behandlung der Nitrozellulose.

Für die Vorbehandlung zu nitrierender Zellulose ist außer dem S. 15 unter 6 beschriebenen Verfahren das Folgende zu erwähnen:

Nach Berl.

39. Dr. E. Berl, Zürich. Verfahren zur Herstellung für die Zwecke der Fabrikation künstlicher Seide, Schieß-, Sprengmaterialien u. dgl. besonders geeigneter Nitrozellulose.

D.R.P. 199 885 Kl. 29b vom 5. IV. 1907 (gelöscht); österr. P. 37 030.

Beim Verspinnen von Nitrozelluloselösungen spielt deren Viskosität eine sehr große Rolle. Es liegt im Interesse der Fabrikation, möglichst dünnflüssige, aber doch dabei an Nitrozellulose reiche Lösungen zu erhalten, um beim Auspressen der Lösungen aus dünnen Öffnungen mit möglichst geringem Druck auszukommen und möglichst gleichmäßige Fäden zu erhalten, was nur dann erzielt werden kann, wenn nur wenig Lösungsmittel zu verdunsten ist. Bei den bisherigen Arbeitsweisen nitrierte man zur Erzielung genügend dünnflüssiger Lösungen entweder bei höheren Temperaturen, womit eine wesentliche Verminderung der Ausbeute an nitriertem Produkt einerseits und eine sehr starke Veränderung der Mischsäure andererseits infolge von Oxydationswirkungen der Salpetersäure auf die Zellulose verbunden war, oder man verminderte die Viskosität der fertigen Nitrozelluloselösungen durch gewisse Zusätze, die indessen die Eigenschaften des Produktes nachteilig beeinflussten.

Es wurde nun gefunden, daß man hochkonzentrierte und dabei dünnflüssige Nitrozelluloselösungen unter Vermeidung obiger Übelstände erhalten kann, wenn man die Zellulose vor der Nitrierung und nach der Entfernung des Wassers längere Zeit bei Gegenwart von inerten sauerstofffreien Gasen, wie Kohlensäure, Stickstoff, Wassergas, abgekühlte Feuergase, oder von überhitztem Wasserdampf auf höhere Temperaturen erhitzt. Es scheint dabei eine Depolymerisation der Zellulose bewirkt zu werden, die ihre Eigenschaften in dem in Betracht kommenden Sinne günstig beeinflusst. Erhitzt man Baumwolle 4 Tage lang unter Vermeidung von Oxydation auf 120°, so erhält man bei nachfolgendem Nitrieren mittels einer aus gleichen Teilen Schwefelsäure und Salpetersäure und 11,5% Wasser bestehenden Mischsäure eine Nitrozellulose mit 13,5% Stickstoff. Nitriert man Baumwolle, die 6 Stunden bei 100° getrocknet wurde, auf die gleiche Weise, so entsteht ein Produkt von gleichem Stickstoffgehalt. Löst man aber beide Nitroprodukte zu gleicher Konzentration in den bekannten Lösungsmitteln, so gewinnt man Lösungen, deren Viskositäten sich wie 1 : 80 verhalten. Durch Veränderung der Temperatur einerseits, der Dauer der Erhitzung andererseits läßt sich die Viskosität innerhalb gewisser Grenzen beliebig abändern. Dabei erleidet das Ausgangsmaterial keinerlei

unerwünschte Veränderung. Außerdem werden beim Nitrieren unverminderte Ausbeuten erhalten.

Patentspruch: Verfahren zur Herstellung für die Zwecke der Fabrikation künstlicher Seide, Schieß-, Sprengmaterialien u. dgl. besonders geeigneter Nitrozellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Zellulose vor dem Nitrieren längere Zeit bei Gegenwart inerter sauerstofffreier Gase, z. B. Feuergase, Wassergas, Kohlensäure, Stickstoff u. dgl., oder auch überhitzter Wasserdämpfe auf höhere Temperaturen erhitzt.

Vgl. hierzu S. 15, 669 und 670.

Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.

40. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Kelsterbach a. M. Verfahren zur Herstellung von Nitrozellulose.

Franz. P. 455 011; brit. P. 5553¹⁹¹³; Ver. St. Amer. P. 1 093 012.

Nach der Erfindung soll das Verbrennen der nitrierten Zellulose dadurch vermieden werden, daß man nach beendeter Nitrierung die Nitrozellulose mit gekühlter Säure wäscht, welche auf die nitrierte Masse nicht mehr einwirkt. Dies Waschen geschieht vorteilhaft mit Ablaufsäure von einer vorhergehenden Charge, die man in geeigneter Weise kühlt. Dadurch wird das Nitriergut auf eine Temperatur gebracht, die eine freiwillige Zersetzung ausschließt. Das Verfahren wird in einem verschließbaren Behälter ausgeführt, der mit einem Einsatz für die zu nitrierende Zellulose und am Boden mit einer Säureableitung versehen ist. Der Einsatz hat gelochten Boden, eine Pumpe fördert die durch die Zellulose gelaufene Säure wieder darauf. Ist die Nitrierung beendet, so hält man die Pumpe an, läßt abtropfen und gibt aus einer anderen Leitung die gekühlte Waschsäure zu. Ist die Nitrozellulose genügend gekühlt, so trennt man von der Säure und arbeitet in üblicher Weise auf. (Zeichnung.)

Die jetzt folgenden Patente betreffen die Verarbeitung trockener Nitrozellulose oder von Nitrozellulose mit bestimmtem Wassergehalt.

Nach Société anonyme de produits chimiques de Droogenbosch.

41. Société anonyme de produits chimiques de Droogenbosch, Ruysbroeck bei Brüssel. Behandlung von Nitrozellulose, welche zur Herstellung glänzender Fäden dient.

Brit. P. 5076¹⁹⁰¹; österr. P. 6947 Kl. 29.

Um aus Nitrozellulose alle Säure durch Auswaschen zu entfernen, muß man mehrere Tage waschen. Säurespuren in der Nitrozellulose sind aber sehr schädlich, weil sie zu Salzbildungen (aus den Metallteilen der Apparate) Veranlassung geben, welche Verstopfungen der Spinnöffnungen zur Folge haben können. Spuren von Säure können auch durch den Äther in die Kollodiumlösung gelangen. Zur Vermeidung der durch Säure veranlaßten Nachteile und zur Erzielung einer trockenen Nitrozellulose, welche vorteilhafter zu verspinnen sein soll

als das Chardonnetsche Nitrozellulosehydrat mit 25–30% Wasser¹⁾, trocknet Erfinderin die gewaschene und gut abgeschleuderte Nitrozellulose in einem warmen, mit trockenem Ammoniakgas versetzten Luftstrom, dessen Temperatur 5–30° über der Außenluft liegt, wodurch die Nitrozellulose eine schwach alkalische Reaktion erhält. (Zeichnung.)

Nach Douge.

42. J. Douge, Besançon. Bereitung von Kollodium zur Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 2467¹⁹⁰²; franz. P. 313 453; österr. P. 21 118 Kl. 29b;
Ver. St. Amer. P. 699 155.

Die Verarbeitung wasserfreier Nitrozellulose hat den Nachteil, daß leicht Explosionen entstehen, und daß der Trockenprozeß leicht Veranlassung zur Säureabspaltung gibt. Wasserhaltige Nitrozellulose von 25–30% Wasser zersetzt sich teilweise besonders am Sonnenlicht, und das daraus erzeugte Kollodium muß rasch verarbeitet werden. Erfinder verarbeitet Nitrozellulose, die er nach dem Abschleudern oder Abpressen durch Trocknen an der Luft oder Behandeln mit einem Luftstrom auf einen Wassergehalt von 6–10% gebracht hat. Diese Nitrozellulose wird in Äther-Alkohol gelöst, dem eine wässrige alkalische Lösung (von Kali, Natron, Ammoniak oder ihren Karbonaten, Kalk, Baryt, Natriumborat, Alkalisilikat o. dgl.) in solcher Menge zugesetzt ist, daß die Mischung alkalisch ist. Dadurch wird die Säure neutralisiert, die sich beim Verdunsten der Lösungsmittel des Pyroxyllins bildet.

Nach Stoerk.

43. J. Stoerk, Brüssel. Verfahren zur Erzeugung von Glanzfäden.

D.R.P. 169 931 Kl. 29b vom 29. XI. 1902 (gelöscht); brit. P. 26 982¹⁹⁰²; franz. P. 327 301; österr. P. 25 031.

Weder die von Chardonnet²⁾ noch die von Douge (s. oben) verwendete Nitrozellulose mit 25–30 oder 6–10% Wasser erfüllt die Bedingungen, welche sie erfüllen muß, um ein zum Trockenspinnverfahren sich gut eignendes Kollodium zu liefern. Nach den Erfahrungen der Praxis läßt sich Nitrozellulose von einem Wassergehalt unterhalb 12% nicht genügend leicht in Äther-Alkohol lösen: die Fasern verhärten, werden hart und setzen dem Eindringen des Lösemittels Widerstand entgegen. Beim Verspinnen der erhaltenen Lösung vollzieht sich die Verdampfung des Äthers zu langsam, was eine entsprechend unvollkommene Ausscheidung der Nitrozellulose zur Folge hat. Ein derartiges Kollodium ist für das Trockenspinnen untauglich, da die Fäden weder die erforderliche Festigkeit noch Trockenheit erlangen. Benutzt man zur Herstellung des Kollodiums Nitrozellulose von mehr als 27% Wassergehalt, so ergeben sich andere Übelstände: das Kollodium verliert zunächst seinen Glanz, dann wird es trübe, milchig und weißlich und

¹⁾ Siehe S. 13. — ²⁾ Siehe S. 13.

nimmt das Aussehen einer Emulsion an. Diese Wirkung beginnt bei einem Wassergehalt von ungefähr 27% und nimmt mit steigendem Wassergehalt an Stärke zu. Der erhaltene Faden entbehrt vollständig gerade derjenigen Eigenschaft, welche die Bezeichnung künstliche Seide rechtfertigt, nämlich des Glanzes; auch besitzt er nur geringe Festigkeit.

Auf Grundlage dieser Erfahrungen hat Erfinder zahlreiche Versuche mit Nitrozellulosen von 1—33% Wassergehalt angestellt, um denjenigen Wassergehalt ausfindig zu machen, welcher der Nitrozellulose gegeben werden muß, um mittels des Trockenspinnverfahrens einen bezüglich Glanz und Festigkeit einwandfreien Faden zu erzielen. Es wurde gefunden, daß dies nur mit einer Nitrozellulose von 12—20% Wassergehalt ausführbar ist. Sinkt der Wassergehalt unter 12%, so erschwert die mangelhafte Verdampfung des Äthers das Trockenspinnen bis zur Unausführbarkeit, steigt der Wassergehalt über 20%, so beeinträchtigt er die Fadenqualität. Zur Bereitung einer Nitrozellulose von 12 bis 20% Wassergehalt verfährt man am zweckmäßigsten in der folgenden Weise: Die aus dem Wascher kommende Nitrozellulose wird in einer kräftigen Presse (hydraulische Presse, Handpresse) zu einem dicken Kuchen zusammengepreßt, letzterer wird zerstückelt und in dünner Schicht an der freien Luft, in einem Luftstrom oder in sonst bekannter Weise dem Trocknen überlassen, bis der Wassergehalt auf 12—20% heruntergegangen ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Erzeugung von Glanzfäden mittels des Trockenspinnverfahrens aus einer Lösung von Nitrozellulose in Äther-Alkohol, gekennzeichnet durch die Verwendung einer Nitrozellulose von 12—20% Wassergehalt.

Nach Lacroix.

44. G. D. Lacroix, Brüssel. Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 2192¹⁹⁰⁵; franz. P. 351 265; österr. P. 26 486.

Nach der Erfindung wird zur Herstellung von Kollodium Nitrozellulose mit 35—45% Wasser verwendet, wie sie erhalten wird, wenn die gewaschene Schießbaumwolle nur schwach abgepreßt wird. Dieser Wassergehalt erteilt der Nitrozellulose die Eigenschaft, bereits in einem Gemisch von 50% Alkohol und 50% Äther löslich zu sein, während andere Sorten Nitrozellulose ein Gemisch von 60% Äther und 40% Alkohol zur Lösung erfordern. Die Löslichkeit ist dieselbe wie die des bekannten Nitrozellulosehydrats mit 25—30% Wasser.

Nach Dietl.

45. G. Dietl. Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 356 323; brit. P. 15 029¹⁹⁰⁵.

Nach den Angaben des Erfinders hat ein aus Nitrozellulose mit 25—30% Wasser hergestelltes Kollodium die unangenehme Eigenschaft, Fäden zu liefern, die, wenn man mehrere Einzelfäden zu einem dickeren Faden auf der Spinnmaschine vereinigen will, auf den Spulen zusammenkleben. Dieser Übelstand soll wegfallen, wenn man Nitrozellulose mit

33–38% Wasser zur Herstellung der Lösung verwendet. Die nitrierte Zellulose wird nur abgeschleudert und 17–23 kg dann in 100 l Alkohol, Äther, Methylalkohol, Aceton usw. oder Mischungen dieser Lösungsmittel gelöst.

Nach Kunstfäden-Gesellschaft m. b. H.

46. Kunstfäden-Gesellschaft m. b. H., Jülich. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden aus nitrierter Zellulose.

Franz. P. 371 544; brit. P. 27 527¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 866 768 (auch Ch. Bottler).

Für die Herstellung des Kollodiums wird eine Nitrozellulose mit 20–25% Wasser verwendet, wie sie durch mehrmaliges Schleudern ohne Zuhilfenahme eines Trockenprozesses erhalten werden kann. Diese Nitrozellulose löst sich leicht und klar auf, und die Lösung filtriert sich sehr gut. 18–23 kg Nitrozellulose (Trockengewicht) werden in 100 l Alkohol-Äther 3:2 oder 1:1 gelöst. Doch können auch andere Mengenverhältnisse innegehalten und andere Lösungsmittel verwendet werden, z. B. Methylalkohol, Aceton usw. Das Verspinnen erfolgt leicht und regelmäßig, die Denitrierung ist einfach, man erhält einen besonders widerstandsfähigen Faden von beträchtlichem Glanze, besonders nach dem Färben.

Nach „Kunststoffe“, 3. Jahrg. 1913, S. 104–107 ist die nach dem folgenden Verfahren behandelte Nitrozellulose zur Herstellung künstlicher Seide geeignet.

Nach Chandelon.

47. Th. Chandelon, Fraipont par Nessonvaux, Lüttich, Belg. Verfahren zur Steigerung der Löslichkeit von Schießbaumwolle in ihren verschiedenen Lösungsmitteln.

D.R.P. 255 067 Kl. 78c vom 17. V. 1911 (gelöscht); franz. P. 429 750.

Es wurde festgestellt, daß Schießbaumwolle, die in einem dicht geschlossenen Behälter, z. B. einem Autoklaven, in Gegenwart verdünnter Schwefel-, Salz-, Salpeter- oder Phosphorsäure oder einer Mischung dieser Säuren bestimmte Zeit erhitzt wurde, so verändert wird, daß sie sich in ihren verschiedenen Lösungsmitteln leichter löst. Je nach der Temperatur und dem mehr oder weniger hohen Druck sowie je nach der Dauer der Behandlung und der mehr oder weniger starken Verdünnung der Säure ist die behandelte Schießbaumwolle mehr oder weniger leicht löslich. Z. B. kann dieselbe Menge behandelter Nitrozellulose, zu deren Auflösung bisher 100 Teile Lösungsmittel erforderlich waren, nach der Behandlung in 60–70 Teilen gelöst werden. Die Erhöhung der Löslichkeit hat ihre Ursache nicht in einer Umwandlung der Schießbaumwolle in ein weniger nitriertes Produkt, sondern ist auf eine Veränderung der molekularen Zusammensetzung zurückzuführen.

Zur Ausführung des Verfahrens wird die aus dem Nitrierbad kommende Nitrozellulose nach den gebräuchlichen Verfahren vom Säureüberschuß befreit, dann in eine genügende Menge Wasser gebracht und darin behandelt, bis der Säuregehalt 1,5–3% beträgt. Nach einiger

Zeit läßt man abtropfen oder trocknet durch Zentrifugieren und bringt die Masse in den Autoklaven. Dieser wird auf 104–140° C gebracht, je nach der gewünschten Löslichkeit, die man erreichen will. Man läßt also den Druck auf 1,2–3,7 Atm. steigen. Die Behandlung selbst dauert 1½–3 Stunden. Dann wird die Schießbaumwolle in warmem oder kaltem Wasser bis zur vollständigen Entfernung der Säure gewaschen.

Patentanspruch: Verfahren zur Erhöhung der Löslichkeit von Schießbaumwolle in ihren verschiedenen Lösungsmitteln durch gleichzeitige Behandlung mit Wärme und Druck, dadurch gekennzeichnet, daß die Schießbaumwolle in einem Autoklaven während längerer Zeit (etwa 1–3 Stunden) der vereinigten Einwirkung von Wärme und Druck (104–140° C und 1,2–3,7 Atm.) in Gegenwart einer 1½ bis 3% igen Lösung von Schwefel-, Salz-, Salpeter- oder Phosphorsäure oder einer Mischung dieser Säuren ausgesetzt wird.

Herstellung der Nitrozelluloselösung, besondere Lösungsmittel, Filtrieren des Kollodiums.

Auf Mittel zur Herstellung für die Kunstseidefabrikation geeigneter Nitrozelluloselösungen beziehen sich die nachfolgenden Patente.

Nach Bronnert und Schlumberger.

48. Th. Schlumberger, Mülhausen i. E. Verfahren zur Herstellung von Lösungen von Kollodiumwolle.

D.R.P. 93 009 Kl. 22 vom 19. XI. 1895 (gelöscht); brit. P. 6858¹⁸⁹⁶; Ver. St. Amer. P. 573 132.

Zur Herstellung von klaren Lösungen von Kollodiumwolle (technischem Gemisch von Tetra- und Trinitrozellulose) sind bis jetzt wesentlich folgende Lösungsmittel bekannt gewesen und technisch angewendet worden: Essigsäure, allein oder gemischt mit Alkohol oder Äther, Schwefelsäure, Ätherschwefelsäure, Aldehyde, Anilin, Lösungen von Kampfer in Alkohol, Äther, Benzol, Toluol oder Tetrachlorkohlenstoff, Essigäther, Aceton, Äther-Alkohol, Holzgeist (Methylalkohol), Nitroglycerin, Nitrobenzol, Amylacetat.

Es wurde nun gefunden, daß schon ziemlich verdünnte alkoholische Lösungen verschiedener Salze die Eigenschaft haben, Kollodiumwolle in großer Menge zu lösen, ohne daß auch nur der geringste Zusatz von Äther erforderlich wäre. Als Beispiele solcher Salze, welche dem Alkohol, der selbst ja keinerlei Lösungsvermögen für Kollodiumwolle besitzt, ein solches erteilen, sind besonders zu nennen: Ammonium-, Kalzium-, Magnesium-, Aluminium- und Zinkchlorid, Natriumlaktat, Kalium- und Ammoniumacetat. Der Preis der neuen Lösungsmittel ist meist nur gering. Die Explosionsgefahr, die Feuergefährlichkeit, die Gesundheitschädlichkeit bei der Herstellung der Lösungen und bei ihrer Anwendung zur Fabrikation von seidenähnlichen Fäden usw. ist bedeutend herabgemindert, zum Teil sogar aufgehoben. Die Wiedergewinnung der

Alkoholdämpfe kann dabei nach einem der bekannten Verfahren in einfacher Weise geschehen. Es kann sogar mit Leichtigkeit die durch das erforderliche Austrocknen der Kollodiumwolle bedingte Gefahr umgangen werden, indem die gut gewaschene und abgeschleuderte Kollodiumwolle z. B. mit konzentrierter Chlorkalziumlösung imprägniert und dann erst getrocknet wird. Eine Explosion kann dann nicht mehr stattfinden. Es werden z. B. 20 kg trockener Kollodiumwolle bei gewöhnlicher Temperatur in einem Mischapparat übergossen mit 10 l starken Weingeistes, in welchem vorher 5 kg essigsäures Ammonium aufgelöst worden sind. Das Ganze wird bis zur völligen Auflösung geknetet. Oder es werden 30 kg nasse, abgeschleuderte Kollodiumwolle mit einer Lösung von 50 kg kristallisiertem Chlorkalzium in 10 l Wasser gut durchtränkt, scharf abgepreßt, nochmals in gleicher Weise mit einer gleich konzentrierten Chlorkalziumlösung behandelt und dann bei etwa 60° getrocknet. 40 kg der erhaltenen trockenen Masse werden in einem Mischapparat mit 150 l starken Weingeistes bis zur völligen Lösung geknetet. Die Mengenverhältnisse zwischen Metallsalz, Alkohol und Kollodiumwolle können je nach Bedarf abgeändert werden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Lösungen von Kollodiumwolle, darin bestehend, daß man als Lösungsmittel Äthylalkohol mit einem Zusatz von in Alkohol löslichen, die Löslichkeit der Kollodiumwolle in Alkohol fördernden Chloriden, Laktaten oder Acetaten verwendet.

2. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens unter Anwendung von Chlorammonium, Chlorkalzium, Chlormagnesium, Chloraluminium, Chlorzink, Natriumlaktat, Kaliumacetat, Ammoniumacetat.

3. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß man die Kollodiumwolle mit den unter 2. genannten, die Lösung in Alkohol befördernden Salzen imprägniert und sie dann in Äthylalkohol löst¹⁾.

Nach Duquesnoy.

49. J. Duquesnoy, Paris. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 135 316 Kl. 29 b vom 15. V. 1900 (gelöscht); brit. P. 8799¹⁹⁰⁰; Ver. St. Amer. P. 663 739.

Versuche haben gezeigt, daß als Lösungsmittel für nitrierte Zellulose eine Mischung von Aceton, Essigsäure und Amylalkohol besondere Vorteile darbietet. Aceton oder Essigsäure allein oder in Mischung oder mit Alkohol oder Äther versetzt als Lösungsmittel für nitrierte Zellulosen anzuwenden, ist bekannt. Auch Amylalkohol hat schon Verwendung gefunden. Diese Lösungsmittel für sich oder nur mit einem anderen dieser Lösungsmittel vermischt zur Anwendung gebracht, liefern jedoch keine brauchbaren Produkte. Eine Lösung von Nitrozellulose in Aceton

¹⁾ Vgl. hierzu das franz. P. 231 230 und den Zusatz vom 22. XII. 1893 von Chardonnet (S. 16).

allein oder unter Zusatz von Essigsäure ist zwar farblos und durchsichtig, liefert aber beim Verdampfen des Lösungsmittels eine weiße, undurchsichtige und morsche Masse. Würde man eine Mischung aus Aceton und Amylalkohol anwenden, so würde man ebenso schlechte Resultate wie mit Aceton und Essigsäure erhalten. Amylalkohol allein würde als Lösungsmittel nicht verwendbar sein, da er Nitrozellulose nicht zu lösen vermag. Auch eine Lösung aus Essigsäure allein oder mit Alkohol versetzt ist wenig geeignet, da das Lösungsmittel zu langsam verdampft und der daraus hergestellte Faden an freier Luft nicht koaguliert, so daß man nur einen halbflüssigen, aber keinen festen Faden erhält, welcher gestreckt und aufgerollt werden könnte. Diese Lösungen sind also zur Herstellung künstlicher Seidenfäden ungeeignet, da es erforderlich ist, daß solche Fäden nach Verdampfen des Lösungsmittels durchsichtig bleiben und den Glanz, die Festigkeit und Geschmeidigkeit, welche den natürlichen Seidenfäden eigen ist, besitzen. Gemäß vorliegender Erfindung werden diese Eigenschaften erhalten, wenn man diese Lösungsmittel nicht für sich oder in Mischung mit nur einem von ihnen, sondern eine Mischung aus Aceton, Essigsäure und Amylalkohol zur Anwendung bringt. Gute Resultate erhält man beispielsweise, wenn man 540 ccm Aceton, 310 ccm Amylalkohol, 150 ccm Essigsäure (etwa 97%ig) mischt und darin 200 g Nitrozellulose löst. Um die gewonnenen Fäden weniger verbrennlich zu machen, kann man sie in bekannter Weise denitrieren.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlicher Seide aus Nitrozellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man nitrirte Zellulose in einer Mischung von Aceton, Essigsäure und Amylalkohol zur Auflösung bringt, die erhaltene Lösung in bekannter Weise zu Fäden verarbeitet und letztere denitriert.

Nach Fabrique de soie artificielle de Tubize.

50. Fabrique de soie artificielle de Tubize (société anonyme). Verbessertes Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus Kollodium.
Franz. P. 361 690.

Verwendet man irgendeine Sulfooxysäure, besonders sulfonierte Fettsäuren in neutralem, saurem oder alkalischem Zustande in einem beliebigen Zeitpunkte der Herstellung der Nitrozellulose oder des Kollodiums, indem man die Baumwolle vor der Nitrierung damit behandelt oder die Säure nach der Nitrierung oder zu dem Lösungsmittel zugibt, so kann man 30 g lufttrockene Nitrozellulose, die beliebig feucht sein kann, in 100 ccm Lösungsmittel lösen. Die Oxysäuren der Fettreihe und die Sulfofettsäuren bilden unter diesen Bedingungen mit der Nitrozellulose eine beständige Verbindung, und der aus Mischungen der angegebenen Art hergestellte Faden besteht nicht mehr aus reiner Nitrozellulose. Er verliert daher auch nicht so viel beim Denitrieren wie reine Nitrozellulosefäden, ferner hat er infolge des niedrigen Eigengewichtes der Sulfofettsäuren ein niedriges spezifisches Gewicht, das dem der Naturseide näher kommt. Ferner wurde gefunden, daß ätherische Öle eine Verbindung mit Kollodium eingehen, ohne, wie die Harze, Nitrozellulose

zu fällen. Diese Öle, die in Wasser unlöslich und nicht vollkommen flüchtig sind, geben beim Trocknen eine feste Haut, die die Festigkeit des Fadens und seine Widerstandsfähigkeit gegen Wasser erhöht. Außerdem werden die Herstellungskosten beträchtlich herabgesetzt.

Nach Huwart.

51. E. J. B. G. J. Huwart. Vervollkommnung in der Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 383 555.

Als Lösungsmittel für Nitrozellulose werden symmetrische und unsymmetrische Acetale der Fettreihe, ihre Chlor-, Brom-, Aldehyd- und Ätherderivate sowie Mischungen dieser Körper vorgeschlagen. Man löst z. B. Methylal in 3—4 Teilen Äthylalkohol; die Nitrozelluloselösung hinterläßt einen durchsichtigen, sehr widerstandsfähigen Rückstand.

Nach Sauverzac.

52. J.-M. de Sauverzac. Neues Lösungsmittel für Nitrozellulose zur Herstellung von Fäden, Häutchen u. a. m.

Franz. P. 402 950.

Das Mittel besteht aus einer alkoholischen Lösung eines Metallchlorids. Eine Lösung von z. B. 10 g Aluminiumchlorid in 100 ccm Alkohol löst 50 g Nitrozellulose auf. Diese Lösung kann mit den gewöhnlichen Nitrozelluloselösungsmitteln, Äthern, Aceton, Essigsäure usw. verdünnt werden. Auch kann ihr bis 80% Wasser und darüber zugesetzt werden, was dann sehr elastische und weiche Fäden zu erzielen gestattet.

Über Ameisensäuremethyl- und -äthylester und Essigsäuremethyl-ester zum Lösen von Nitrozellulose s. Wohl, franz. P. 425 900, S. 616.

Nach Strehlenert.

Ein sowohl dem bereits mehrfach erwähnten Chardonnetschen franz. P. 231 230, Zusatz vom 22. XII. 1893¹⁾, als dem Knöflerschen Denitrierverfahren²⁾ mittels Formaldehyd nahestehendes Verfahren ist das folgende von

53. R. W. Strehlenert, Stockholm. Neues Lösungsmittel für Nitrozellulose.

Brit. P. 22 540¹⁸⁹⁶.

Die künstliche Seide, die in bekannter Weise aus Zellulose hergestellt wird, hat nicht so allgemeine Verbreitung gefunden, als erwartet wurde. Dies liegt hauptsächlich an dem Verhalten der Kunstseide gegen Wasser. Im feuchten Zustande verliert sie etwa 90% ihrer Festigkeit, was ihre weitere Behandlung, namentlich das Färben, sehr erschwert. Die vorliegende Erfindung will der künstlichen Seide ihre Hygroskopizität, d. h. ihr Bestreben, Wasser zu absorbieren, nehmen. Das Verfahren

1) Siehe S. 16. — 2) Siehe S. 117.

besteht darin, dem Lösungsmittel für die Nitrozellulose Formaldehyd, Acetaldehyd, Paraldehyd, Benzaldehyd oder andere Aldehyde zuzusetzen oder die ausgezogenen Fäden mit einer Lösung dieser Aldehyde zu behandeln. Die Eigenschaft des Formaldehyds, mit Gelatine eine in Wasser unlösliche Verbindung zu geben, ist allbekannt und vielfach benutzt. Nach vorliegender Erfindung wird diese Eigenschaft des Formaldehyds und anderer Aldehyde auf andere stickstoffhaltige Körper, insbesondere auf künstliche Seide aus Nitrozellulose angewendet, um diesen Körper widerstandsfähiger gegen Wasser zu machen, und es hat sich gezeigt, daß die Widerstandsfähigkeit gegen Wasser in hohem Grade zunimmt. Die Aldehydmenge, die dem Lösungsmittel für die Nitrozellulose oder dem Bade, mit dem der fertige Faden vor der Denitrierung behandelt wird, zugesetzt werden soll, beträgt ungefähr 15% vom Gewichte der Nitrozellulose. Da Formaldehyd und die anderen obengenannten Aldehyde in Mischung mit Äthyl- oder Methylalkohol, Äther u. a. m. ein sehr gutes Lösungsmittel für Nitrozellulose darstellen, ist es am vorteilhaftesten, die Aldehyde vor der Auflösung der Nitrozellulose zuzusetzen.

Nach Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils.

54. Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils, Lyon. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 171 752 Kl. 29b vom 30. IV. 1905 (gelöscht); franz. P. 361 324.

Zur Herstellung von künstlicher Seide aus Nitrozelluloselösungen benutzt man bekanntlich am häufigsten eine Lösung von Nitrozellulose in einem Alkoholäthergemisch. Solche Lösungen müssen, um in Spinn-
düsen zu Fäden verarbeitet werden zu können, durch Filtration von den mechanischen Verunreinigungen befreit werden und einen bestimmten Konzentrationsgrad haben, den man bisher dadurch erreichte, daß man von vornherein bestimmte Mengen von Nitrozellulose in den genau entsprechenden Mengen des Lösungsmittels auflöste und die gewonnene, verhältnismäßig hoch konzentrierte Lösung einem Filtrationsprozeß unterwarf. Infolge des hohen Konzentrationsgrades lassen sich solche Lösungen bekanntlich nur langsam und schwer filtrieren. Andererseits ist es bekannt, daß die Nitrozelluloselösungen verhältnismäßig viel Luft einschließen und daß der Luftgehalt die Erzeugung tadelloser Fäden verhindert oder daß die aus solchen Nitrozelluloselösungen hergestellten Fäden ungleichmäßig sind und leicht zerreißen. Durch Luftverdünnung oder durch Erhitzen der Lösungen kann man wohl ihren Luftgehalt verringern, gleichzeitig mit der Luft entfernt oder verdunstet man aber das leicht flüchtige Lösungsmittel, so daß die zum Teil luftfrei gemachte Lösung von neuem zum Ersatze des verflüchtigten einen Zusatz von frischem Lösungsmittel erhalten muß, wobei aber mit dem frischen Lösungsmittel wiederum neue Mengen Luft in die Lösung eingeführt werden.

Diesen Übelständen soll durch das vorliegende Verfahren in der Weise abgeholfen werden, daß Nitrozellulose in einem großen Überschuß

eines geeigneten Lösungsmittels, z. B. Äther-Alkohol, von zweckmäßig überschüssigem Äthergehalt gelöst und die Lösung nach u. U. erforderlicher Filtration einer Destillation solange unterworfen wird, bis sie die zur Fadenerzeugung notwendige Dichte erlangt hat, wobei während der Destillation mit den Dämpfen des Lösungsmittels auch die in der Lösung eingeschlossene Luft entweicht. Auf diese Weise gelingt es einerseits, vollkommen luftfreie Nitrozelluloselösungen zu erlangen, andererseits dagegen lassen sich die ursprünglichen äußerst dünnen Lösungen bei weitem leichter und schneller filtrieren als die üblichen dickeren Lösungen, so daß auch die Anwendung der kostspieligen Filterpressen zu diesem Zweck nicht mehr erforderlich ist. Es werden z. B. 300 kg gut getrockneter Nitrozellulose in 200 l Methylalkohol, 200 l Äthylalkohol und 1600 l Äther aufgelöst. Die Lösung wird unter schwachem Druck filtriert und hierauf in einen luftdicht verschlossenen und mit Rührwerken ausgestatteten Kessel gebracht, welcher am zweckmäßigsten durch ein Wasserbad geheizt wird. Man destilliert solange, bis etwa 1000 l Äther übergegangen sind, und hält aus diesem Grunde die Temperatur des Wasserbades annähernd auf der Höhe des Siedepunktes des Äthers (36—38°). Während der Destillation wird das Rührwerk in ständiger Bewegung gehalten, so daß mit den in Form von Bläschen aus der Lösung entweichenden Ätherdämpfen auch die in der Lösung eingeschlossene Luft zum Entweichen gebracht wird. Durch eine Probe- nahme wird die Dichte der Lösung festgestellt und die Destillation in dem Augenblick unterbrochen, in welchem die Lösung den zur Erzeugung von Fäden erforderlichen Dichtegrad aufweist.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide, gekennzeichnet durch die Verwendung von Nitrozelluloselösungen, welche dadurch erhalten sind, daß Nitrozellulose in einem großen Überschuß eines geeigneten Lösungsmittels, z. B. Äther-Alkohol, von zweckmäßig überschüssigem Äthergehalt, gelöst und die Lösung nach u. U. erforderlicher Filtration einem Destillationsprozeß solange unterworfen wird, bis sie die zur Fadenerzeugung notwendige Dichte erlangt hat, wobei während des Destillationsprozesses mit den Dämpfen des Lösungsmittels auch die in der Lösung eingeschlossene Luft entweicht.

Nach Duclaux.

55. J. Duclaux. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und anderer Produkte aus Nitrozellulose.

Franz. P. 439 721; schweiz. P. 63 818; belg. P. 245 532; brit. P. 2465¹⁹¹³.

Als Lösungsmittel für Nitrozellulose werden Methyl- und Äthylformiat verwendet. Diese Ester lassen sich leicht herstellen durch Einwirkung von Ameisensäure, die selbst mit viel Wasser verdünnt sein kann, auf Methyl- oder Äthylalkohol, wobei nur darauf zu achten ist, daß die Alkohole im Überschuß vorhanden sind und die Säure sich am Ende der Operation in Berührung mit mehr Alkohol befindet als sie verestern kann. Die Trennung des Esters von den Alkoholen kann leicht durch Rektifikation geschehen, da die Siedepunktdifferenz mehr

als 30° beträgt. Die Wiedergewinnung der verwendeten Ester wird dadurch erleichtert, daß sie sofort bei der Berührung mit wässerigen Alkalien verseift werden. Läßt man Luft, die im Kubikmeter nur wenige Gramme dieser Ester enthält, durch eine wässrige Lösung von Kalk streichen, so wird sie vollkommen von den Dämpfen der Ester befreit; die Ameisensäure findet sich als Formiat in der Lösung und der in Freiheit gesetzte Alkohol kann durch Rektifikation wiedergewonnen werden. Man setzt der Formiatlösung die zur Freimachung der Säure gerade erforderliche Menge einer starken Säure zu, gibt Alkohol im Überschuß zu und destilliert. Man erhält dann zunächst den Ester und dann den Alkohol, die in die Fabrikation zurückkehren.

Die genannte Art der Wiedergewinnung des Ester bildet den Gegenstand des D.R.P. 256 857 Kl. 12o vom 11. II. 1912 (gelöscht) und des Ver. St. Amer. P. 1 127 871.

Nach Massmann.

Dickflüssige Lösungen von Kollodiumwollen, die zur Herstellung künstlicher Seide geeignet sind, stellt

56. Chr. Massmann, Hamburg, dadurch her, daß als Lösungsmittel die Gemische von Alkohol und Benzol oder seinen Homologen benutzt werden (D.R.P. 250 421 Kl. 22g vom 13. IV. 1910, gelöscht).

Über die Verwendung von Methylalkohol beim Naßspinnen vgl. A. Bernstein, Kunststoffe 1912, S. 359.

Über Alkohol-Benzol zum Lösen von Nitrozellulose vgl. Chem. Fabrik Johannes Schleu, Kunststoffe 1913, S. 219.

Nach Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils.

57. Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils, Lyon. Filterpresse zum Filtrieren der für die Herstellung künstlicher Seide bestimmten Kollodiumlösungen.

D.R.P. 170 935 Kl. 29a vom 30. IV. 1905 (gelöscht); franz. P. 361 329.

Die Filterpresse gehört zu der Art bekannter Filterpressen, bei denen in der Filterkammer ein Filtertuch zum Zwecke einer leichten Auswechselbarkeit fortbewegt wird, und ist dadurch gekennzeichnet, daß eine fortlaufend als Filtertuch dienende Gewebbahn zwischen den die Filterkammer bildenden Teilen schrittweise weitergeschaltet und, eine Abdichtung bildend, eingespannt wird, so daß eine schnelle und einfache Auswechslung der Filterfläche ermöglicht wird.

Es bedeutet Fig. 15 einen senkrechten Schnitt durch die Filterpresse, während Fig. 16 eine Ansicht der Presse rechtwinklig zu Fig. 15 gesehen darstellt. Die Presse ruht auf vier Säulen *a*, *a* . . ., welche einen festen Sattel *b* und eine Mutter *e* für die Schraubenspindel *c* des Balancers *f* tragen. Das untere Ende der Spindel *c* steht mit dem Preßkopf *d* in drehbarer Verbindung, welcher mit dem Sattel *b* eine Kammer *i* bildet. Diese Kammer wird von einem zu dem Preßkopf *d* gehörigen Sieb *j* durchzogen. Das Filtriergewebe *h* kommt von einer

Trommel *g* und bewegt sich zwischen Sattel und Preßkopf *d* in Richtung des Pfeiles (Fig. 16). Das Gewebe *h* wird zwischen dem Sattel *b* und dem Preßkopf *d* derart festgehalten, daß es eine vollständige Abdichtung gewährt. Das Kollodium wird durch die Leitung *k* unter Druck der Kammer *i* unterhalb des Gewebes zugeführt und durch die Leitung *l* an die Verwendungsstelle hingeleitet. Sowohl Leitung *k* als Leitung *l* ist mit je einem Hahn ausgerüstet, und die letztere besitzt ein biegsames Ende, um der Bewegung des Preßkopfes folgen zu können.

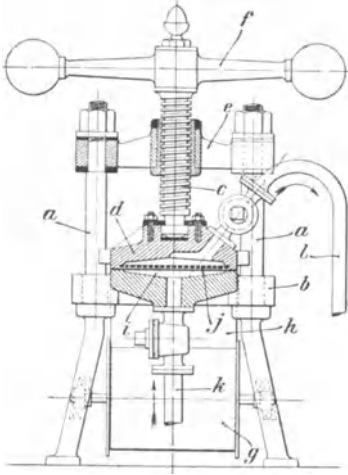


Fig. 15.

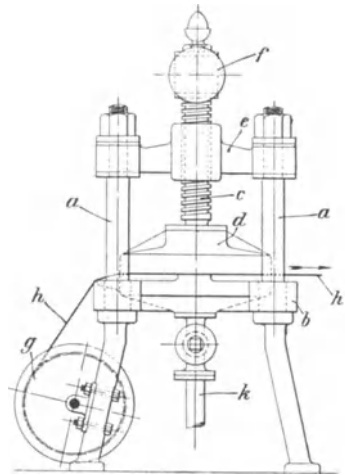


Fig. 16.

Ist das gerade benutzte Stück des Gewebes *h* verstopft, so werden die Leitungen *k* und *l* geschlossen und der Preßkopf *d* angehoben, worauf man ohne weiteres den vorher benutzten Gewebeteil an die Stelle *h'* hinführt. Durch Niederziehen des Balanciers *f* wird hierauf ein neues Stück unter dem Sieb *j* festgespannt, worauf nach Öffnung der Hähne die Filtrierung ihren weiteren Fortgang nehmen kann.

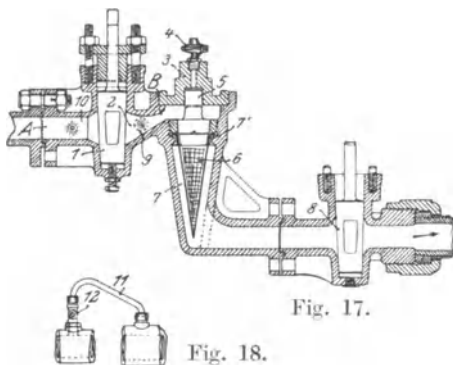
Patentanspruch: Filterpresse mit auswechselbarem Filtertuche zum Filtrieren der für die Herstellung künstlicher Seide bestimmten Kollodiumlösungen, dadurch gekennzeichnet, daß eine fortlaufende Gewebbahn (*h*) sich zwischen den die Filtrierkammer bildenden Teilen (*b*, *d*) schrittweise weiterschalten und, eine Abdichtung bildend, einspannen läßt, zum Zwecke, eine schnelle Auswechslung der Filterfläche in einfachster Weise zu ermöglichen.

Bei der Vorrichtung zum ununterbrochenen Filtrieren, insbesondere von Kollodium und eingedickten Zelluloselösungen, welche

58. M. Denis, Mons.

durch das D.R.P. 245 837 Kl. 12d vom 6. VIII. 1910 geschützt wurde, sind zwei oder mehr parallel geschaltete Filter vorgesehen. Jedes Filter besteht aus zwei Hähnen, Einlaßhahn 1 und Auslaßhahn 8, und einem

zur Aufnahme eines zweckmäßig trichterförmig gestalteten Filterkörpers 6 dienenden, mit einem Lüftungsventil 4 versehenen, aufrechten Behälter 7 (Fig. 17). Dieser ist derart zwischen den Hähnen 1 und 8 angeordnet, daß er bei geschlossenen Haupthähnen 1 und 8 über eine an dem Einlaßhahn 1 vorgesehene, mittels eines Hahnes 12 abschließbare Umleitung 11 von wesentlich kleinerem Querschnitt als das Hauptrohr (Fig. 18) nach vorgegenommenem Filterwechsel vollständig mit der zu filtrierenden Flüssigkeit angefüllt und vollständig von der zuvor eingetretenen Luft befreit werden kann, bevor der volle, unter hohem Druck hinzutretende Flüssigkeitsstrom durch Öffnen der Haupthähne durch das Filter hindurchgeführt wird. Es sind so stets zwei oder mehr parallel zueinander geschaltete Filter oder Filtergruppen vorhanden, von denen jeweils das eine Filter oder die eine Gruppe arbeitet, während das andere gereinigt werden kann.



Weitere Filtriervorrichtungen s. S. 698 u. ff.

Nach Köln-Rottweil Akt.-Ges.

59. Köln-Rottweil Akt.-Ges., Berlin. Verfahren zum Lösen von Nitrozellulose.

D.R.P. 352 905 Kl. 78c vom 27. XI. 1918 (gelöscht).

Besser als Gemische von Benzol und Äthylalkohol lösen Gemische von Benzol und Methylalkohol Nitrozellulose. In den Fällen, wo Gemische von Benzol und Methyl- oder Äthylalkohol Nitrozellulosen noch nicht ohne Rückstand lösen, kann durch Zusatz irgendeines Gelatinierungsmittels völlige Lösung erzielt werden. Brauchbare Gelatinierungsmittel sind Aceton, Amylacetat, Pyridin, Nitrobenzol und viele andere. Eine Tabelle zeigt die durch solche Gemische erzielte bessere Lösefähigkeit.

Patentsprüche: 1. Verfahren zum Lösen von Nitrozellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man an Stelle der bekannten Benzol-Äthylalkoholgemische Gemische von Benzol und Methylalkohol verwendet, denen man gegebenenfalls geringe Mengen eines die Lösekraft erhöhenden Stoffes zusetzt.

2. Verfahren zum Lösen von Nitrozellulose, dadurch gekennzeichnet, daß an Stelle der die Nitrozellulose nicht ganz lösenden Gemische von Benzol mit Äthylalkohol gewisse Benzol-Äthylalkoholgemische unter Zusatz geringer Mengen eines die Lösekraft erhöhenden Stoffes verwendet werden, wodurch eine völlige Lösung erzielt werden kann.

Nach Carlssen und Thall.

60. O. Carlssen und E. Thall, Stockholm. Verfahren zur Herabsetzung der Viskosität viskoser Lösungen von Nitrozellulose und deren Zusammensetzungen wie Zelluloid, ferner von Acetylzellulose und anderen Zelluloseestern.

D.R.P. 359 311 Kl. 29b vom 7. XII. 1920 (Prior. Schweden 7. XII. 1918).

Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß die in bekannter Weise unter Anwendung von Hitze und Druck hergestellten viskosen Lösungen aus Nitrozellulose, Acetylzellulose und anderen Zelluloseestern durch eine nach der Auflösung fortgesetzte Erhitzung auf entsprechende Temperatur immer dünnflüssiger werden, bis sie zum Schluß fast ebenso dünnflüssig wie Wasser werden. Die dabei zu verwendende Temperatur soll zwischen 60° C und derjenigen Temperatur, bei welcher die betreffenden Ester zersetzt werden, liegen, und die Behandlung soll in einem geschlossenen Apparat vorgenommen werden, so daß das Entweichen des Lösungsmittels verhindert wird.

Eine solche Umwandlung der viskosen Lösungen der Nitrozellulose und deren Zusammensetzungen bietet wesentliche Vorteile. Erstens können konzentriertere Lösungen als bisher hergestellt werden, ferner wird es möglich, besonders reine Lösungen herzustellen, indem die dünnflüssigen Lösungen auch bei sehr starken Konzentrationen leicht filtrierbar sind.

Die Erfindung kann beispielsweise in folgender Weise ausgeführt werden:

Man schließt eine dickflüssige, stark viskose Lösung von Nitrozellulose, Zelluloid, Acetylzellulose oder anderen Estern in einen Autoklaven ein, um das Entweichen des Lösungsmittels zu verhindern, und erhitzt bis auf mindestens 60° C. Die Dauer ist von der verwendeten Temperatur abhängig, so daß eine hohe Temperatur eine entsprechende Verkürzung der Dauer der Behandlung bewirkt. Beispielsweise wird eine Zelluloidlösung von Schmierseifenkonsistenz in Amylacetat als Lösungsmittel, wenn sie während einer Stunde auf 120° C erhitzt wird, in eine leichtflüssige Lösung von Wasserkonsistenz umgewandelt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herabsetzung der Viskosität viskoser Lösungen von Nitrozellulose und deren Zusammensetzungen, wie Zelluloid, ferner von Acetylzellulose und anderen Zelluloseestern, dadurch gekennzeichnet, daß die viskosen Lösungen längere Zeit auf einer Temperatur gehalten werden, die zwischen 60° C und derjenigen Temperatur liegt, bei welcher die betreffenden Ester zersetzt werden, wobei gleichzeitig das Entweichen des Lösungsmittels verhindert wird.

Nach The Nitrogen Corporation.

61. The Nitrogen Corporation, Providence, Rhode Island, V. St. A. Verfahren zur Herstellung von Zelluloseesterlösungen und -massen.

D.R.P. 388 633 Kl. 39b vom 2. VII. 1922 (Prior. Ver. St. Amer. vom 2. VII. 1921); brit. P. 182 488 (J. C. Clancy).

Es wurde gefunden, daß flüssiges wasserfreies Ammoniak ein ausgezeichnetes Lösungsmittel für Zelluloseester im allgemeinen darstellt,

das eine beträchtlich größere Zahl von Zelluloseacetaten und -nitrat^{en} löst, als die bisher benutzten Lösemittel, und sich gleichzeitig leicht aus der Zelluloseverbindung durch Verdampfen entfernen läßt. Durch Anwendung des flüssigen, wasserfreien Ammoniaks können die höheren Acetate und Nitrate, welche bisher nicht leicht löslich waren, gelöst werden. Gemäß der Erfindung werden die Zelluloseester, wie z. B. Zelluloseacetate, in ein Bad von flüssigem wasserfreiem Ammoniak gebracht, wobei sie sofort eine klare Lösung bilden, welche leicht von Luftblasen oder hereingerissenen Gasen befreit werden kann. Die so gebildete Lösung läßt man auf ein endloses Band fließen, preßt sie durch enge Öffnungen oder bringt sie in Formen und befreit sie von Ammoniak durch Verdampfung. Dabei wird ein haltbarer durchscheinender Film, Faden oder irgend eine andere Form gebildet.

Da wasserfreies Ammoniak bei gewöhnlichem Druck nur bei verhältnismäßig niedriger Temperatur flüssig ist, so löst man die Zelluloseester in flüssigem wasserfreiem Ammoniak unter einem höheren Druck und verdampft das Ammoniak unter Herabsetzung des Druckes. Man kann auch das wasserfreie Ammoniak bei gewöhnlichem Druck bei genügend tiefer Temperatur zum Lösen der Zelluloseester benutzen. Die Entfernung des Ammoniaks aus den Zelluloseestermassen kann unter vermindertem Druck erfolgen. Sie erfolgt am besten in einer möglichst trockenen Atmosphäre, um die Bildung von Blasen in den Zelluloseestermassen zu verhüten und ein gleichmäßigeres und hochwertigeres Produkt zu erzielen. Das als Lösungsmittel benutzte Ammoniak kann natürlich leicht wiedergewonnen werden. Sowohl die Zellulosenitrate wie die Acetate sind in flüssigem wasserfreiem Ammoniak löslich. Auch ein Gemisch der Acetate und Nitrate in irgend welchen gewünschten Verhältnissen löst sich in flüssigem wasserfreiem Ammoniak und ergibt eine Masse, welche nach Entfernung des Lösungsmittels die gewünschten Eigenschaften besitzt.

Nach dem vorliegenden Verfahren können die aus Zelluloseacetat bestehenden Filme leicht gelöst werden und gestatten dabei die Wiedergewinnung des Zelluloseacetats, des metallischen Silbers und der Gelatineverbindung, welche durch Ammoniak nicht angegriffen werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zelluloseesterlösungen und -massen, dadurch gekennzeichnet, daß man Zelluloseester in flüssigem wasserfreiem Ammoniak löst und gegebenenfalls das Ammoniak entfernt.

62. The Nitrogen Corporation, Providence, Rhode Island, V. St. A. Verfahren zur Herstellung von Suspensionen oder Lösungen von Zellulosenitrat.

D.R.P. 402 753 Kl. 39b vom 2. VII. 1922 (Prior. Ver. St. Amer. vom 23. XII. 1921); brit. P. 190 694; franz. P. 553 547; Ver. St. Amer. P. 1 544 812 (J. C. Clancy).

Versuche haben ergeben, daß, wenn man die Lösung von Zellulosenitrat^{en} in wasserfreiem flüssigem Ammoniak mit Flüssigkeiten vermischt, die Zellulosenitrate nicht lösen, man nach Verdampfen des Ammoniaks eine klare Lösung der Nitrate in diesen Flüssigkeiten er-

hält. Man kann auch mit demselben Erfolge zunächst Zellulosenitrate mit flüssigem wasserfreien Ammoniak leicht anfeuchten, wobei die Nitrate sich schnell in eine gelatinöse Masse umwandeln, selbst wenn Ammoniak nicht in einer zur Bildung einer klaren Lösung genügenden Menge zugesetzt ist. Die so mit wasserfreiem Ammoniak behandelten Zellulosenitrate geben, sobald sie mit den erwähnten Flüssigkeiten vermischt sind, sofort eine klare durchscheinende Lösung von jedem gewünschten Grade der Zähflüssigkeit. Bei diesem Verfahren ist die Anwendung von Druck zulässig, da eine genügende Menge von Ammoniak in den Zellulosenitraten während der Überführung in das Lösungsmittel verbleibt, um selbst bei atmosphärischem Druck die Nitrate in dem Lösungsmittel löslich zu halten.

Ein geeignetes Lösungsmittel für die mit wasserfreiem Ammoniak vorbehandelten Zellulosenitrate ist eine Flüssigkeit, welche aus einem oder mehreren der folgenden Stoffe besteht: Tetrachloräthan, Tetrachlorkohlenstoff, Chloroform, Benzol, Benzin, Chloräthan, Naphthalin oder eine aromatische Chlorverbindung, ein aliphatischer oder aromatischer Alkohol, ein aliphatischer oder aromatischer Alkoholester (wie z. B. Acetate), einschließlich Äthyl-, Methyl-, Butylalkohol, Äthyl-, Butylacetat usw. Diese Gemische sind ausgezeichnet geeignet, um mit den vorbehandelten Zellulosenitraten klare Lösungen zu bilden. Vorzugsweise werden Gemische von Chlorderivaten von Kohlenwasserstoffen mit einer anderen organischen Verbindung benutzt.

Beispiel 1: Man behandelt Zellulosenitrate mit flüssigem wasserfreien Ammoniak, bis die Nitrate genügend angefeuchtet sind und bringt sie darauf sofort in eine Flüssigkeit, welche aus 90% Tetrachlorkohlenstoff und 10% Äthyl-, Butyl-, Methyl- oder Propylalkohol besteht. Nach Verdampfung des Ammoniaks verbleibt das Zellulosenitrat in der Flüssigkeit in Lösung.

Folgen weitere Beispiele.

Es sei noch bemerkt, daß manche der Flüssigkeiten, welche als geeignet zur Bildung des Lösungsmittels bezeichnet sind, nicht brennbar und an sich keine Lösungsmittel für Zellulosenitrate, insbesondere für die höheren Nitrate, sind. Man kann mit ihnen eine verhältnismäßig schwer entzündbare Nitrozelluloselösung herstellen.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Suspensionen oder Lösungen von Zellulosenitrat, dadurch gekennzeichnet, daß man den Ester mit wasserfreiem Ammoniak vorzugsweise unter Druck gelatinisiert oder löst und darauf in eine Flüssigkeit bringt, in welcher dieser Ester anfänglich nicht löslich ist.

2. Verfahren zur Herstellung von Suspensionen oder Lösungen von Zellulosenitrat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das Zellulosenitrat nach dem Gelatinieren oder Lösen in wasserfreiem Ammoniak in eine flüssige Mischung von einem Chlorderivat eines Kohlenwasserstoffes mit einer anderen organischen Verbindung bringt.

Über die Verarbeitung von Lösungen von Zellulosenitrat in flüssigem Schwefeldioxyd vgl. brit. P. 189 416 und Ver. St. Amer. P. 1 544 811 derselben Firma, s. S. 625.

Über den Zusatz geschwefelter Körper zu Nitrozellulosespinnmassen vgl. franz. P. 438 448, S. 475.

Nach Brégeat.

63. J. H. Brégeat, Paris (G. Weissenberger, Wien). Verfahren zur Reinigung oder Dehydratisierung von Zelluloseestern und -äthern, die für sich oder im Gemisch mit organischen oder anorganischen Stoffen verwendet werden.

Brit. P. 226 142 vom 19. III. 1924 (Prior. Österreich vom 15. XII. 1923).

Es wurde gefunden, daß absoluter Alkohol besser als solcher von 95° Gay-Lussac, der bisher hauptsächlich bei der Alkoholisierung verwendet wird, Unreinigkeiten der Nitrozellulose auflöst und auch die Nitrozellulose selbst besser löst. Absoluter Alkohol ist für das Spinnen künstlicher Seide aus Nitro- und Acetylzellulose ein besonders geeignetes Lösungsmittel; er gibt vollkommen klare Lösungen und die erhaltene Seide hat höchsten Glanz und große Homogenität. Auch die Vorbehandlung des für die Spinnlösung zu verwendenden Rohmaterials mit absolutem Alkohol wird empfohlen.

Verfahren und Einrichtungen zum Verspinnen von Nitrozelluloselösungen, besondere Arten der Fadenbildung, Spulen, Zwirnen.

Es folgen Verfahren und Vorrichtungen zum Verspinnen der verschiedenen Nitrozelluloselösungen, besondere Arten der Fadenbildung, Spulen, Zwirnen u. dgl.

Nach Mertz.

64. E. Mertz, Basel. Vorrichtung mit mehrfachen Spinnöffnungen zum Verspinnen von Flüssigkeiten.

Schweiz. P. 4449.

Die Vorrichtung dient zum Verspinnen von Kollodium, das aus dem Rohre *B* über *H* und Ventil *i* nach der Spinndüse *C* (Fig. 19) gelangt. In ihr sitzt in einer entsprechend gestalteten Fassung *a* (Fig. 20) ein konischer Zapfen *b*, der umlaufende Vertiefungen b^2 und b^3 trägt, die nach der Spinndüse gelangende feste Verunreinigungen zurückhalten. Die eigentlichen Spinnöffnungen werden durch sehr feine Kanäle b^4 gebildet. Sind sie verstopft, so drückt man *b* nach unten, wodurch zwischen *a* und *b* ein breiter Ringraum geschaffen wird, durch den die Verunreinigungen nach außen abfließen. Die austretenden Fäden, die in *E* durch Wasser koaguliert werden, werden bei *F* auf eine Spule aufgewickelt. Das zur Koagulierung dienende Wasser fließt von *K*

zu und durch *h* ab. Der Mantel *D* dient dazu, das zu verspinnende Kollodium auf einer gewünschten Temperatur zu halten. (4 Zeichnungen.)

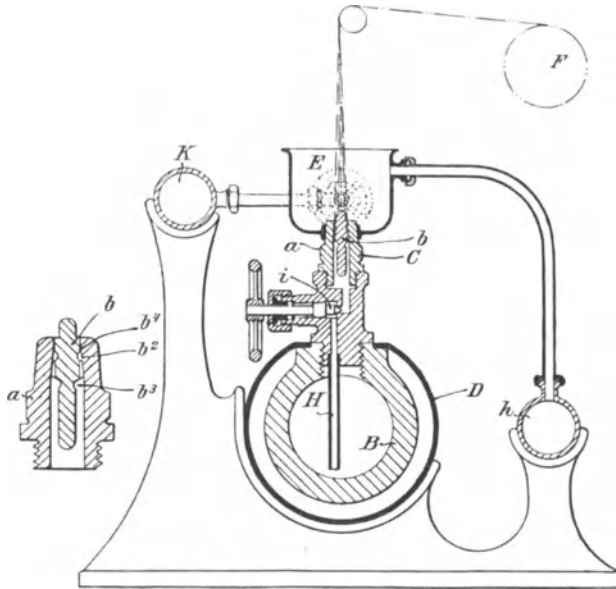


Fig. 20.

Fig. 19.

65. Nach E. Oberlé und H. Newbold.

Neu an diesem Verfahren (franz. P. 258 287, vgl. Leipziger Färberzeitung 1897, S. 311) ist, daß das Kollodium nicht aus den Spinnröhren herausgedrückt, sondern durch den luftverdünnten Raum herausgesaugt wird. Das dabei verdunstende Lösungsmittel wird durch geeignete Kondensationsapparate zurückgewonnen.

Nach Breuer.

66. E. Breuer, Krefeld. Herstellung von gefärbten oder metallglänzenden Fäden aus Kollodium.

D.R.P. 55 293 Kl. 29 vom 26. I. 1890 (gelöscht).

Man überzieht eine Walze (von Metall oder anderem festen Stoff), zuerst mit Kollodium, darauf mit aufgelöstem Leim, dann wieder mit Kollodium und fährt so abwechselnd fort, bis man die gewünschte Stärke der Schicht erreicht hat. Die so hergerichtete Walze bringt man auf eine Leitspindeldrehbank und setzt diese, nachdem man einen Schneidestahl befestigt und so weit an die Walze vorgeschoben hat, daß er die Schicht durchritz, in Bewegung. Die Walze dreht sich alsdann um ihre Achse, der Schneidestahl bewegt sich (durch die Konstruktion der Drehbank bedingt) in der Längsrichtung der Walze und durchschneidet die Schicht in Spirallinien. Der Faden ist dann zum Spulen fertig und läßt sich von der Walze abhaspeln.

Nach Crespin.

67. L. Crespin, Paris. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide, künstlichen Roßhaares oder Strohes.

Brit. P. 27 565¹⁹⁰⁴; franz. P. 342 077; Ver. St. Amer. P. 820 351; schweiz. P. 32 540 und 32 541.

Eine Lösung von 12—20 T. trockener Nitrozellulose in einem Gemisch aus 36 T. Methylalkohol, 48 T. Äthylalkohol, 12 T. Äther und 4 T. Rizinusöl. Palmöl oder Glycerin läßt man aus runden, schlitzförmigen oder gewellten Öffnungen in einen Zylinder austreten, der in der Austrittsrichtung der Fäden von Wasser durchströmt wird. Das Wasser, dessen Strömungsgeschwindigkeit geregelt werden kann, nimmt das Lösungsmittel auf und wirkt auf die zunächst gelatinös ausgefällten Fäden streckend. Am oberen Ende des Zylinders wird das Wasser mit dem Lösungsmittel abgezogen, während die Fäden weitergehen und aufgewickelt werden. Das mit Lösungsmittel beladene Wasser wird durch Erhitzen von den flüchtigen Lösungsmitteln befreit, welche wiedergewonnen werden. Die Spinnöffnungen werden in einem Platinblech angebracht, welches in einer mit nach innen umgebogenem Rande versehenen Glasröhre durch einen Gummiring befestigt ist.

Nach Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils.

68. Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils, Lyon. Verfahren zum Komprimieren von Kollodium bei der Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 168 173 Kl. 29b vom 30. IV. 1905 (gelöscht); franz. P. 361 323.

Benutzt man zum Durchpressen des Kollodiums durch die Spinn-
düsen als Druckmittel Wasser, so kann dies bei Undichtigkeiten in
den Kollodiumraum gelangen und da Klumpen bilden, die die Düsen
verstopfen. Auch Benetzen der Zylinderwände kann dieselbe Wirkung
haben. Diese Übelstände werden dadurch beseitigt, daß als Druckmittel
an Stelle des Wassers ein Lösungsmittel für Nitrozellulose verwendet
wird, und zwar vornehmlich Amylacetat. Dieses darf selbst in größeren
Mengen in den Kollodiumraum eintreten, ohne eine Klumpenbildung
hervorzurufen.

Patentanspruch: Verfahren zum Komprimieren von Kollodium
bei der Herstellung künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß als
Druckmittel an Stelle von Wasser ein beliebiges Lösungsmittel für
Nitrozellulose, vornehmlich Amylacetat, verwendet wird.

69. Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils, Lyon-Montplaisir, Frankr. Verfahren zur Herstellung von Zellulosefäden aus Nitrozelluloselösungen.

D.R.P. 177 957 Kl. 29b vom 16. XII. 1905 (gelöscht); franz. P. 361 960.

Das Verfahren besteht darin, daß man den aus der Düse austretenden Faden mit einer Flüssigkeit in Berührung bringt, welche aus einem

beliebigen Lösungsmittel für Nitrozellulose unter Zusatz solcher Mengen anderer Flüssigkeiten bereitet wird, daß das Lösungsmittel sein Lösevermögen für Nitrozellulose gerade verliert. Eine solche Flüssigkeit ist z. B. mit 5—8% Wasser versetzter Methylalkohol, der für sich, d. h. ohne Wasserzusatz, bekanntlich ein vorzügliches Lösungsmittel für Nitrozellulose ist, dagegen nach dem Zusatz der erwähnten geringen Wassermenge auf Nitrozelluloselösungen ausfällend wirkt. Ebenso verhalten sich andere Lösungsmittel, z. B. reiner oder denaturierter Alkohol, Alkoholäthergemische, Äther, Aceton, Essigsäure, wenn ihnen andere Stoffe, wie Wasser, Säuren, Alkalien od. dgl., nur in solchen Mengen zugesetzt werden, daß dadurch das Lösungsvermögen der zuerst genannten Flüssigkeiten für Nitrozellulose gerade aufgehoben wird. Bringt man den aus der Düse austretenden Faden mit solchen Flüssigkeiten zusammen, deren spezifisches Gewicht zudem annähernd gleich demjenigen des Nitrozellulosefadens ist, so wird der Faden sofort zum Erstarren gebracht, ohne daß die ihm durch die Düse gegebene Stärke oder Gestalt auch nur im geringsten verändert wird. Man ist daher in der Lage, sehr gleichmäßige Fäden und selbst Bänder aus Nitrozellulose zu erzeugen, und erleidet keine Verluste an Lösungsmittel, da dieses von der Flüssigkeit, mit welcher der Faden in Berührung kommt, zurückgehalten wird und daraus durch fraktionierte Destillation wiedergewonnen werden kann. (3 Zeichnungen.)

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zellulosefäden aus Nitrozelluloselösungen, welche unter Druck durch feine Öffnungen hindurchgepreßt und mit den Faden zum sofortigen Erstarren bringenden Flüssigkeiten in Berührung gebracht werden, dadurch gekennzeichnet, daß als Fällmittel die bekannten Lösungsmittel für Nitrozellulose verwendet werden, nachdem ihnen Wasser oder andere geeignete Stoffe in solchen Mengen zugesetzt sind, daß dadurch ihr Lösungsvermögen für Nitrozellulose gerade aufgehoben ist.

70. Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils, Lyon Montplaisir. Verfahren zur Herstellung künstlicher Textilfäden aus Nitrozellulose.

D.R.P. 200 265 Kl. 29b vom 28. XII. 1906 (gelöscht); brit. P. 89¹⁹⁰⁷; 89 A⁹⁷; franz. P. 382 718; Ver. St. Amer. P. 888 260 (V. Planchon); schweiz. P. 38 910.

Um zu verhindern, daß der durch die Spinnöffnung hindurchgepreßte Faden, ehe er mit der ihn zum Erstarren bringenden Flüssigkeit in Berührung kommt, erhebliche Verluste an dem flüchtigen Lösungsmittel erleidet, dadurch zusammenschrumpft, seine Gestalt und Stärke verändert und unansehnlich wird, wird der Faden, bevor er die Koagulationsflüssigkeit erreicht, in senkrechter Richtung durch einen Raum, z. B. ein Rohr od. dgl. von beträchtlicher Länge geführt, worin hochgradiger Alkohol verdampft wird, der das vorzeitige Trockenwerden des Fadens verhindert. Z. B. kann das Rohr innen mit einem saugfähigen Stoff, z. B. mit einem Gewebe, bekleidet sein, dem beständig Alkohol in flüssiger Form aus einem darüber befindlichen Behälter zugeführt wird. (1 Zeichnung.)

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher Textilfäden aus Nitrozellulose, dadurch gekennzeichnet, daß die aus den Spinndüsen kommenden Kollodiumfäden, bevor sie die Koagulationsflüssigkeit erreichen, in senkrechter Richtung ein Rohr od. dgl. von beträchtlicher Länge durchwandern, in dem hochgradiger Alkohol verdampft wird, um ein vorzeitiges Trocknen des Fadens zu verhindern.

2. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Innenwandung des von dem Kollodiumfaden senkrecht durchzogenen Rohres mit einem Gewebe bekleidet ist, dem beständig Alkohol in flüssiger Form zugeführt wird.

Nach Desmarais, Morane und Denis.

71. Desmarais und G. Morane, Paris, und M. J. A. Denis, Reims, Frankr. Vorrichtung zum Regeln des Druckes von Kollodium- und Zelluloselösungen vor dem Filtrieren und dem Verspinnen zu künstlicher Seide.

D.R.P. 197 167 Kl. 29a vom 29. III. 1905 (gelöscht); schweiz. P. 33 335; franz. P. 342 655.

An Stelle der bisher gebräuchlichen in die Zuführleitung eingeschalteten Regelvorrichtungen oder einfachen Pumpen werden hier mit gesteuerten Ventilen versehene Pumpen verwendet. Mittels der bekannten

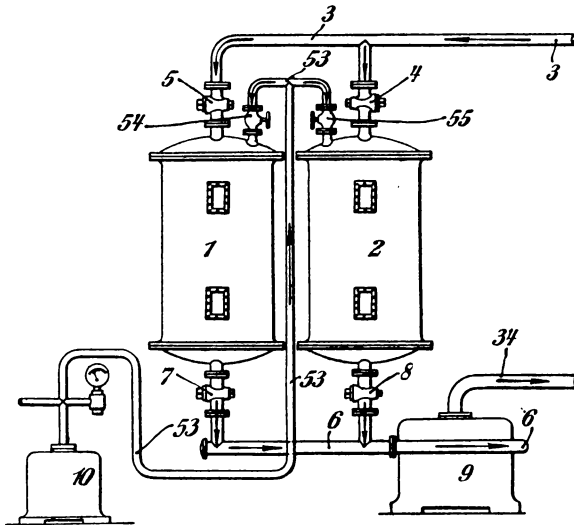


Fig. 21.

Einrichtungen war man wohl imstande, wie Wasser flüssiges Kollodium anzusaugen und fortzudrücken; sobald es sich aber um die Verarbeitung nitrirter Zellulose handelt, die in einem später wieder auszuscheidenden Träger aufgelöst ist, also etwa um 15–20%ige Lösungen, versagen die bisher gebräuchlichen Einrichtungen. Erfolgt nämlich die Zuführung

des Kollodiums und der Zelluloselösungen nicht unter Druck, so bleibt das Material infolge seiner Reibung an den Rohrwandungen einfach stehen. Aber selbst wenn mit Druck gearbeitet wird, schließt die Natur des angesaugten Produkts einen Nutzeffekt aus, und zwar infolge des außerordentlich niedrigen Siedepunktes des zur Verwendung kommenden Äthers. Der Kolben der Pumpe, welcher während des Ansaugens eine Depression erzeugt, die niemals mehr als die Höhe der Barometersäule erreichen kann, wird demzufolge eine Verdampfung des Äthers herbeiführen, welche jeden Nutzeffekt nichtig macht. Indem nun aber gemäß der Erfindung unter Druck gespeist wird, die Ansaugventile zwangsläufig gehoben und gesenkt und die Auslaßventile zwangsläufig gesenkt werden, macht man die Vorrichtung für alle Konzentrationsgrade der Zelluloselösungen geeignet und erzielt eine beträchtliche Erhöhung des Nutzeffektes.

Die Zeichnung stellt eine gemäß der Erfindung gebaute Vorrichtung beispielsweise dar, und zwar zeigt Fig. 21 die Vorrichtung in schemati-

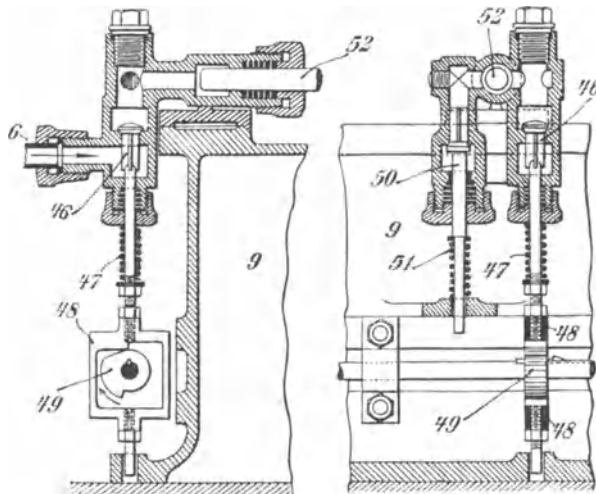


Fig. 22.

Fig. 23.

scher Ansicht, Fig. 22 und 23 zeigen eine der zur Anwendung kommenden Pumpen in verschiedenen Ansichten. Fig. 24 veranschaulicht schematisch die Anordnung der Pumpen. Die Gesamtvorrichtung umfaßt zwei Behälter 1, 2 aus verzinnem Eisen- oder Kupferblech, eine Einfüllleitung 3, welche die Behälter von oben her unter Vermittlung von Hähnen 4, 5 beschickt, und eine untere Leitung 6, welche mit Hähnen 7, 8 versehen ist, die den Austritt der Flüssigkeit ermöglichen und sie zu Pumpen 9 hinführen. Die Behälter 1, 2 speisen die Pumpen 9 niemals gleichzeitig; einer von ihnen wird beschickt, während der andere entleert wird. Angenommen, der Behälter 1 werde beschickt und der Behälter 2 werde entleert und speise die Pumpen 9, so sieht man, daß die Hähne 5 und 8 offen und die Hähne 4 und 7 geschlossen sein müssen.

Unter diesen Bedingungen steht der Behälter 1 nicht unter Druck, während der Behälter 2, wie unten beschrieben, unter gleichbleibendem Druck gehalten wird, der für die regelmäßige Speisung der Pumpen 9 erforderlich ist.

Jeder der beiden Behälter 1 und 2 ist an seinem oberen und unteren Teil mit einem Höhenstandrohr oder einem Schauglas versehen, so daß

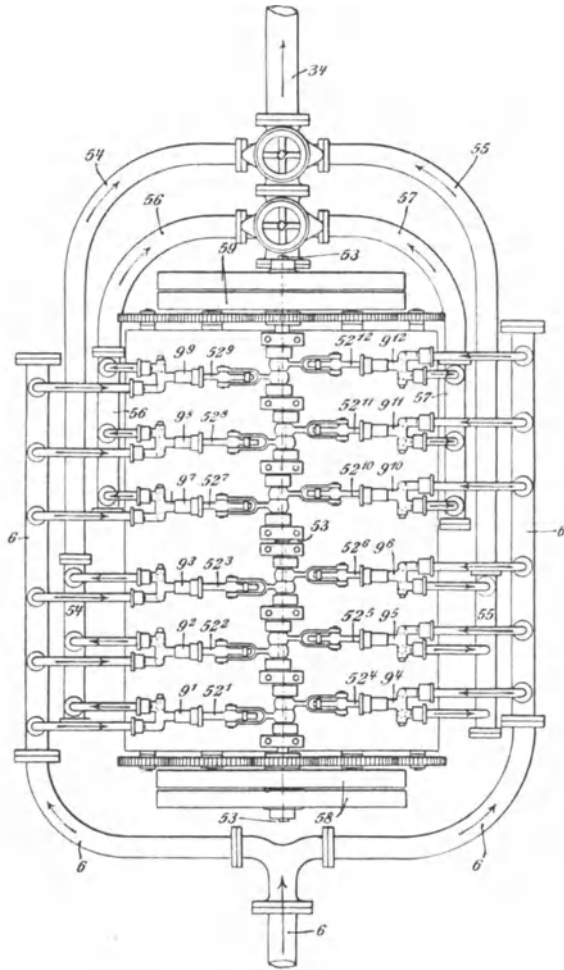


Fig. 24.

man die Höhe der Flüssigkeit überwachen und hauptsächlich am Schluß der Entleerung Luftstöße vermeiden kann, die für einen guten Gang der Vorrichtung stets sehr schädlich sind. Ein gleichbleibender atmosphärischer Druck wird im Entleerungsbehälter 2 selbsttätig durch folgende Einrichtung erhalten: Der obere Teil der Behälter 1, 2 trägt

Hähne 54, 55, die mit dem Rohr 53 einer Luftpumpe 10 verbunden sind. Diese Luftpumpe wird durch eine Dynamomaschine betrieben. Im Hinblick auf die Natur der zu komprimierenden Flüssigkeit werden die Ansaugventile der Pumpe 9 mechanisch gesteuert. Jedes der in Stopfbüchsen geführten Ansaugventile 46 der Pumpen 9 ist mit einer einstellbaren Feder 47 (Fig. 22 und 23) versehen, die das Ventil auf seinem Sitz festhält. Die Ventilstange ist mit einem Rahmen 48 verbunden, der durch einen Daumen 49 in geradlinige Hin- und Herbewegung versetzt wird. Die Form dieses Daumens entspricht dem Arbeitsgange des Ventils. Sobald der Kolben 52 seinen Ansaugehub beginnt, wird das entsprechende Ansaugventil 46 durch den Daumen 49 gehoben. Indem dann die unter Druck durch ein Zuleitungsrohr zugeführte Flüssigkeit das Ventil geöffnet vorfindet, kann sie leicht den Raum des Saugkolbens 52 anfüllen. Im Augenblick der Kompression gibt der Daumen 49 plötzlich den Rahmen 48 frei, und die Feder 47 führt sofort das Ventil 46 auf seinen Sitz zurück. Die Federkraft ist in diesem Augenblick, und bis die Kompressionsperiode begonnen hat, stärker als der Druck, unter welchem die Flüssigkeit durch das Zuleitungsrohr zugeführt wird.

Das Auslaßventil 50 (Fig. 23) besitzt ebenfalls eine Stange, die durch eine Stopfbüchse geführt und mit einer Feder 51 versehen ist; es wird aber nicht durch den Daumen gesteuert. Der Druck des Kolbens genügt stets, um den Widerstand zu überwinden, der durch den Gegen- druck und die Feder 51 entgegengesetzt wird, welche nur dazu dient, das Ventil sofort wieder auf seinen Sitz zu führen, sobald die Kompressionsperiode beendet ist. In Fig. 24 sind beispielsweise zwölf Kolben 52 veranschaulicht, die in zwei parallelen Reihen angeordnet sind und durch eine Arbeitswelle 53 angetrieben werden, deren Kurbeln der Reihe nach um 30° gegeneinander aufgekeilt sind. Die große Anzahl dieser Kolben verhindert das Auftreten von Stößen beim Austritt der Flüssigkeit. Wie aus Fig. 24 ersichtlich, tritt die Flüssigkeit durch das Rohr 6 zu, welches sich in zwei Zweigrohre teilt, die die beiden Kolbenreihen 52¹ bis 52¹² speisen. Die Kolben 52¹ bis 52⁶ befördern die Flüssigkeit in die Leitungen 54, 55 und die Kolben 52⁷ bis 52¹² die Flüssigkeit in die Leitungen 56, 57. Die Leitungen 54, 55, 56, 57 sind mit dem Ableitungsrohr 34 verbunden. Die Kolben bilden also zwei Gruppen 52¹ bis 52⁶ und 52⁷ bis 52¹². Die Kolben der ersten Gruppe und ihre Ansaugventile werden durch die Riemenscheiben 58 angetrieben, während die Kolben der zweiten Gruppe und ihre Ansaugventile durch die Riemenscheiben 59 angetrieben werden. Man kann also nach Belieben 12 oder 6 Kolben in Tätigkeit treten lassen. Die in regelmäßiger Folge in das Rohr 34 eingeführte Flüssigkeit wird dann durch geeignete Vorrichtungen verteilt. Schließlich wird die Flüssigkeit zwecks Filterung in Reinigungsvorrichtungen bekannter Art und zwecks Verspinnung in Verspinnmaschinen bekannter Art geführt.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Regeln des Druckes von Kollodium- und Zelluloselösungen vor dem Filtrieren und dem Verspinnen zu künstlicher Seide, bei welcher in die Zuführleitung mehrere

Pumpen eingeschaltet sind, dadurch gekennzeichnet, daß diese Pumpen mit gesteuerten Ansaugventilen arbeiten.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ventile (46, 50) mit einstellbaren Federn (47, 51) versehen sind, durch welche sie sowohl bei Beginn als auch am Ende der Kompressionsperiode selbsttätig auf ihre Sitze gepreßt werden.

Nach Morane.

72. L. Morane. Präzisionsspinnmaschine für künstliche Seide. Franz. P. 410 267; brit. P. 24 707¹⁹¹⁰; D.R.P. 243 658 Kl. 29a vom 23. X. 1910 (gelöscht), (Prior. Frankreich vom 28. X. 1909).

Die Spinnöffnungen sind in zwei Reihen auf Armen angeordnet, die um das eine Ende drehbar sind, und von denen jeder mit einem genau einstellbaren Hahn für das zuzuführende Kollodium und einem Filter versehen ist. Zwischen der Hauptzuleitung für das Kollodium und den Armen sind Glasröhren eingesetzt, um den Zulauf der Spinnlösung verfolgen zu können. Dies wird noch dadurch erleichtert, daß in die Glasröhren durch rechtwinklig angesetzte Spritzöffnungen gefärbtes Kollodium eingeführt wird, welches den Flüssigkeitsstrom kenntlich macht. Die Anordnung ermöglicht, bei gleicher Länge der Maschine mehr Spinnöffnungen anzuordnen, verteilt den Druck in der ganzen Maschine vorteilhafter und gibt Fäden von gleichmäßigerem Titer. (6 Zeichnungen.)

Die Ansprüche des D.R.P. lauten:

1. Vorrichtung zur Beobachtung und Regelung der Zuflußgeschwindigkeit des Kollodiums für Maschinen zur Herstellung von Kunstseide, bei welcher in die Zuflußleitung ein Schauglas eingeschaltet ist, dadurch gekennzeichnet, daß vor dem Eintrittsende des Schauglases in die Leitung eine Spritze, deren Spitze etwa in die Mitte des Kollodiumstromes ragt, eingeführt ist, mit Hilfe deren zeitweilig einzelne Tropfen von anders gefärbtem Kollodium in die Masse eingeführt werden können.

2. Verfahren zur Beobachtung und Regelung der Zuflußgeschwindigkeit des Kollodiums unter Anwendung der Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß durch die Spritze Kollodium von gleicher Beschaffenheit wie der zu verarbeitende Stoff eingeführt wird, das mit einem Farbstoff versetzt ist, der durch die bei der chemischen Nachbehandlung der Fäden verwendeten Reagenzien zerstört wird.

73. L. Morane. Präzisionsspinnmaschine für künstliche Seide. Franz. P. 12 545, Zusatz zum franz. P. 410 267; D.R.P. 243 659 Kl. 29a vom 23. IV. 1911 (gelöscht), (Prior. Frankreich vom 3. V. 1910); schweiz. P. 54 645.

Nach dem Hauptpatent (s. vorst.) wird der Zufluß des Kollodiums zu den die Spinndüsen tragenden Armen durch einen fein einstellbaren Hahn geregelt, dessen Bedienung natürlich Geschicklichkeit und Aufmerksamkeit des Arbeiters voraussetzt. Vorliegendes Patent ersetzt diesen Hahn durch eine selbsttätige Vorrichtung zum Regeln des Kollodiumzuflusses. Das aus dem Zuführungsrohr *a* kommende Kollodium fließt auf seinem Wege zu den Spinndüsen durch das Rohr *c*, welches bei *d*

eine Platte mit einer Öffnung enthält. Ein kleiner Pumpenkörper *e* oder ein Differentialkolben *f* nimmt auf der einen Seite den vor *d*, auf der anderen Seite den hinter *d* herrschenden Druck auf. Hält man nun diese Druckdifferenz konstant, so werden auch Ausströmungsgeschwin-

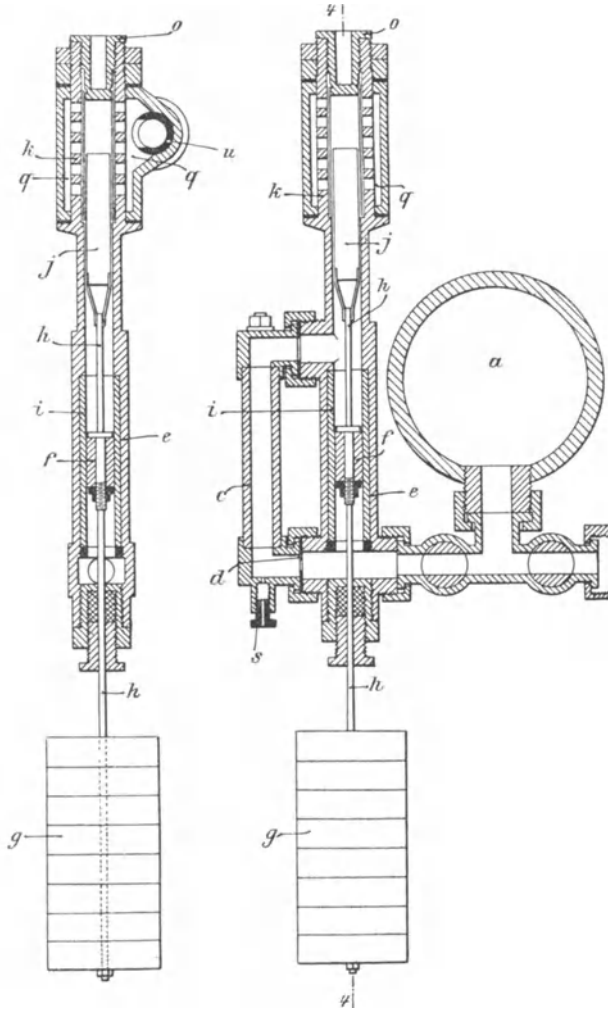


Fig. 25.

Fig. 26.

digkeit und Fadentiter konstant bleiben. Der Kolben *f* bewegt sich senkrecht in einer Glasröhre *i*, er ist an einer Stange *h* befestigt, die durch Metallscheiben *g* belastet wird. An die Stange *h* schließt sich nach oben in den Leitungskanal für das Kollodium hinein ein Metallrohr *j* an, welches sich entsprechend der Bewegung von *f* hebt und senkt. Das Rohr *j* ist von einem dicken, gelochten Metallrohr *k* umgeben,

dessen Löcher durch enges Metallgewebe gegen j abgedeckt sind. Auf dem Metallgewebe liegt Filtergaze, durch die das Kollodium filtriert wird, ehe es in den Raum q und das Abflußrohr u (s. Fig. 25, die einen Schnitt nach 4—4 von Fig. 26 darstellt,) gelangt. Ist das Filter verstopft, so wird f nach unten verschoben und dadurch eine größere Fläche des Filters freigegeben. Ist das Filter ganz zugesetzt, so kann nach Abschrauben von o ein neues Filter eingesetzt werden. Der im Hauptpatent erwähnte gefärbte Kollodiumfaden, der die Strömung der Spinnlösung sichtbar macht, wird mittels einer Pravazschen Spritze durch s eingeführt. Ferner sind die Arme, die die Spinndüsen tragen, gegeneinander neigbar, so daß während des Stillstandes der Maschine die Spinndüsen gekreuzt und mit einer Schutzhülle bedeckt werden können. (6 Zeichnungen.)

Der Anspruch des D.R.P. lautet:

Vorrichtung zur selbsttätigen Regelung des Zuflusses für Maschinen zur Herstellung von Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Zuleitungsrohr ein mit einer Durchflußöffnung versehenes Diaphragma angeordnet ist, das die Gleichmäßigkeit der Fäden durch den entstehenden Druckverlust sichert, wobei ein durch eine regelbare Belastung ausbalancierter, durch die Druckdifferenz gesteuerter Differentialkolben in Verbindung mit einer vor der Ausflußöffnung des zu verarbeitenden Stoffes angeordneten Drosselvorrichtung den Durchflußquerschnitt dem wechselnden Druck entsprechend verändert.

Nach La soie de Basècles société anonyme.

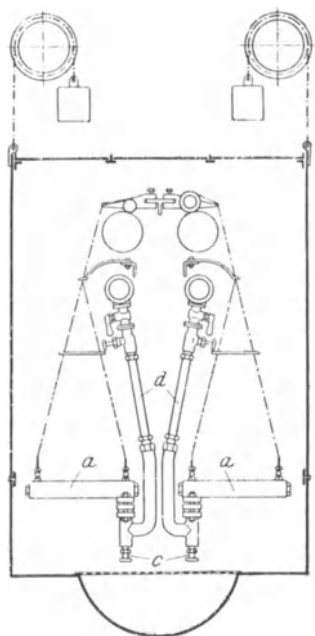
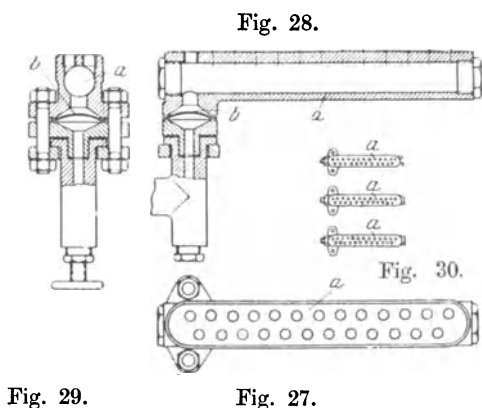
74. La soie de Basècles société anonyme, Basècles, Belg. Kunstseiden-
spinnmaschine mit ausschwingbaren Düsenträgern.

D.R.P. 245 100 Kl. 29a vom 23. X. 1910 (gelöscht), (Prior. Frankreich vom 23. X. 1909).

Die allgemein benutzte Anordnung der Spinnmaschinen zur Herstellung von Kunstseidefäden, namentlich von Kollodiumfäden, zeigt folgende Unzuträglichkeiten. Die Regelung der Stärke des erhaltenen Fadens, d. h. der entsprechenden Zufuhr des Kollodiums zu jeder Spinndüse, erfolgt nur durch die Regelung des Gesamtdruckes des Kollodiums in der ganzen Spinnmaschine. Dieser wechselt mit den Druckverlusten, die in den verschiedenen Teilen des Arbeitsraumes abweichend sind. Der Druck wird, namentlich bei der Wiederaufnahme der Arbeit, nur durch Befühlen geregelt, nachdem die Fadenstärke einer großen Anzahl Spulen geprüft worden ist, eine Arbeit, die bisweilen mehrere Stunden dauert. Da es erforderlich ist, ein Filter am Eintritt jeder Maschine anzuordnen, ist man ferner gezwungen, die ganze Maschine anzuhalten, jedesmal wenn das Filter verstopft ist. Sie muß selbst dann in ihrer Gesamtheit angehalten werden, wenn eine Spinndüse bricht und plötzliche Spinnstoffverluste veranlaßt, was einen Druckabfall in der Hauptleitung zur Folge hat.

Diese Nachteile sollen durch folgende Anordnungen, die in Fig. 27—31 dargestellt sind, vermieden werden.

Fig. 27 zeigt einen beweglichen Düsenträger (Rampe) im Grundriß, während Fig. 28 diese mit dem Filter und dem Nadelventil im Längsschnitt veranschaulicht. Fig. 29 ist ein Querschnitt durch einen Düsenträger längs der Drehungsachse. Fig. 30 stellt einige der Düsenträger im Grundriß dar. Fig. 31 veranschaulicht im Schnitt eine schematische Darstellung der Spinnmaschine mit Zylindern, Spulen, Einrichtung für hin und her gehende Bewegung, Y-förmige Führungen zur Vereinigung der Fäden und andere Führungen zum Auseinanderhalten, sowie die besondere Anordnung der den Gegenstand der Erfindung bildenden, mit schwingbaren Düsenträgern versehenen Kunstseidenspinnmaschine.



Jede Fadenspule und die Düsen, die den betreffenden vierteiligen Faden speisen, sind hier in gewisser Beziehung als eine besondere Maschine zu betrachten. Jede dieser Spulen wird von einem Düsenträger *a* bedient, der die erforderliche Anzahl von Düsen enthält. Die Düsenträger können um ihr eines Ende schwingen, so daß sie sich in jedem erforderlichen Falle mehr oder weniger der Arbeiterin gegenüber einstellen lassen, und diese kann infolgedessen ohne Schwierigkeit die gewöhnliche Arbeit ausführen, die in der Wiederanknüpfung der Fäden und in der Auswechslung der Düsen besteht.

Man bemerkt, daß hier die Abzahl der Düsen nicht mehr durch die Länge der Maschine beschränkt ist, sondern nur von der Länge der Spulen abhängt. Auf diese Weise können in dem dargestellten Ausführungsbeispiel bei einem Abstand von etwa 150 mm zwischen den Düsenträgern in dem dargestellten Düsenträger 25 Düsen eingesetzt werden, während in den älteren Maschinen auf diese Länge nur Raum für $7\frac{1}{2}$ Düsen ist. Man könnte noch mehr Düsen anbringen, wenn man der Maschine eine größere Tiefe geben würde.

Jeder dieser einzelnen Düsenträger enthält ein Filter *b*, das der Anzahl der Düsen angepaßt ist, und ein Nadelventil *c*, das den Zufluß des Kollodiums mikrometrisch zu regeln gestattet. Wenn das Ventil fest auf seinen Sitz geschraubt ist, kann man durch einfaches Lösen zweier Muttern die Rampe entfernen und das Filter auswechseln, ohne die übrigen Teile der Maschine anhalten zu müssen.

Bei der beschriebenen Spinnmaschine kann die durch den Bruch einer Spinndüse hervorgebrachte plötzliche Druckminderung die Zuflußgeschwindigkeit des Kollodiums nicht augenblicklich in solchem Grade steigern, daß in der Hauptleitung ein Druckabfall geschaffen wird, der das Spinnen in den übrigen Teilen der Maschine unterbricht.

Bei derselben Länge der Maschine, d. h. in demselben Luftraum, können drei- oder viermal mehr Spinndüsen arbeiten als bei der früheren Maschinenart. Die Dichtigkeit der Dämpfe des Lösungsmittels in der zwecks Wiedergewinnung angesaugten Luft wird also drei- bis viermal größer sein, und die Wiedergewinnung dieser Dämpfe wird deshalb erheblich erleichtert.

Patentanspruch: Kunstseidenspinmaschine mit ausschwingbaren Düsenträgern, dadurch gekennzeichnet, daß auf der oberen flachen Seite der Düsenträger zwei Reihen mit Hähnen ausgerüsteter Spinndüsen angeordnet sind und die Düsenträger in wagerechter Ebene um eines ihrer Enden, an dem das Kollodium durch die Zuflußleitung einströmt, schwingbar angeordnet sind.

75. La soie de Basècles société anonyme, Basècles, Belg. Kunstseidenspinmaschine mit ausschwingbaren Düsenträgern.

D.R.P. 245 574 Kl. 29a vom 23. IV. 1911, Zus. zum D.R.P. 245 100, (Prior. Frankreich vom 3. V. 1910).

Die Verbesserung der Kunstseidenspinmaschine gemäß dem Patent 245 100 (s. vorstehend) besteht darin, daß jeder einzelne Düsenträger, anstatt um eine in seinem Ende gelegene Achse zu schwingen, zur wagerechten Ebene in einem Winkel beweglich ist, der 45° betragen kann, ohne die Durchflußöffnung zu verkleinern, so daß beim Auseinanderschwingen zweier Düsenträger nach entgegengesetzten Seiten man mehr Raum erhält, als erforderlich ist, um die Fäden wieder anzuknüpfen und die Spinndüsen auszuwechseln.

Fig. 32 zeigt einen Düsenträger in Seitenansicht; Fig. 33 ist ein wagerechter Schnitt und Fig. 34 der Grundriß eines Düsenträgers, während Fig. 35 die Vorderansicht veranschaulicht.

Zu dem angegebenen Zweck endigt der Düsenträger an der Zuflußleitung mit einem zylindrischen Fortsatz *b*, der in eine passende, im oberen Teil einer hier nicht näher beschriebenen Regelvorrichtung ausgeführte Öffnung eingesetzt ist, in der er sich drehen kann. Eine Mutter *c* in Verbindung mit Scheiben hält den Düsenträger mit leichter Reibung in seinem Schwinggehäuse fest.

In dem in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispiel haben die Düsenträger *a* 21 Düsen *d*, weil diese Anzahl der am häufigsten im Handel verlangten Fadenstärke entspricht; man könnte aber auch 25

oder mehr Düsen anbringen, ohne die Abmessungen der Maschine vergrößern zu müssen.

Es ist zu bemerken, daß diese Anordnung mindestens die Verdoppelung der Anzahl der Düsenträger *a* und der Düsen *d* einer Maschine gestattet, verglichen mit der Maschine nach dem Hauptpatent. Schließlich wird aber die Anzahl der Spinddüsen auf den laufenden Meter sechsmal größer als bei den gegenwärtig zum Fadenziehen aus Kollodium verwendeten Maschinen. Da die Ventilation die gleiche ist, so wird die

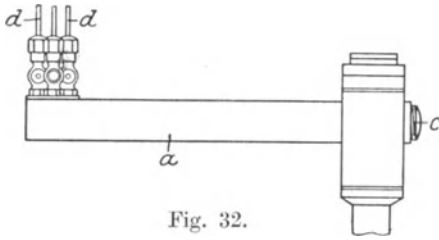


Fig. 32.

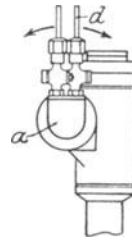


Fig. 35.

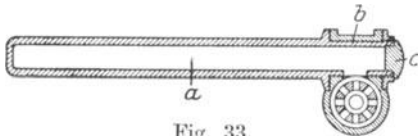


Fig. 33.

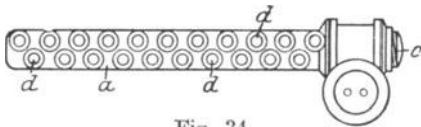


Fig. 34.

Wiedergewinnung des Lösungsmittels sechsmal wirksamer und ist durch diesen Umstand stets gewährleistet.

Die Neigungsbewegung der Düsenträger *a* gestattet die Näherung und das

Kreuzen der Düsen *d*, um sie während des Aussetzens des Fadenziehens mit einer Schutzhülle zu bedecken und so das Verstopfen der Düsen zu verhüten.

Patentanspruch: Kunstseidenspinnmaschine mit ausschwingbaren Düsenträgern, ge-

mäß Patent 245 100, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsenträger zur wagerechten Ebene um einen bis 45° reichenden Winkel geschwungen werden können, ohne den Durchflußquerschnitt zu vermindern, indem jeder Düsenträger auf der Seite des in der Zuflußleitung liegenden Filters in einem zylindrischen Fortsatz endigt, der in einem gehäuseartigen Teil der Zuflußleitung eingesetzt und drehbar ist.

Nach Dryen.

76. A. Dryen, Londerzeel, Belgien. Pumpe mit gesteuertem Verteiler für die Verspinnung von Zellstofflösungen.

D.R.P. 324 027 Kl. 29a vom 24. VIII. 1916 (gelöscht), (Prior. Belgien vom 17. VIII. 1916).

Die Erfindung betrifft eine Pumpe mit gesteuertem Schieber. Mit ihr soll vollständige Dichtigkeit erzielt und jedes Durchsickern oder jeder andere Verlust vermieden werden. Die Erfindung besteht im wesentlichen darin, daß am Ende jedes Hubes der Kolben eine Zeitlang stillsteht, während welcher Zeit, da der Schieber seine Bewegung fortsetzt, der Teil des Zylinders, der im Anfang des Stillstandes mit einer der

Leitungen, der Saug- oder Druckleitung, in Verbindung war, nunmehr mit der anderen Leitung in Verbindung gesetzt wird. Die Erfindung betrifft auch für alle Pumpen einer Spinnmaschine ein einfaches und zuverlässiges Steuerungsverfahren.

Auf der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel der Erfindung dargestellt. Fig. 36 ist ein wagerechter Schnitt durch die Pumpe, der Schieber steht in Mittellage. Fig. 37 ist in kleinerem Maßstabe eine Seitenansicht und zeigt die gemeinsame Steuerung der Pumpen einer Spinnmaschine.

1 ist der Schieberkasten, 2 der Pumpenzylinder, 3 ist ein Muschelschieber, obwohl man auch jede andere Art von Pumpenschieber nehmen kann. Der Muschelschieber hat den Vorteil, daß wegen der Einwirkung des Druckunterschiedes auf die obere und untere Fläche des Schiebers dieser kräftig auf den Spiegel gedrückt wird. Bei 4 tritt die Zellstofflösung in den Schieberkasten ein und wird je nach der Schieberstellung durch die Kanäle 5 oder 6 auf die eine oder andere Seite des Kolbens 7 geführt. Hat der Schieber dann die Verbindung umgekehrt, so wird die Lösung durch den Schieberkanal 8 zum Austrittsrohr 9 gedrückt. Um den Pumpenkolben sicher dicht zu halten, hat man ihn genügend verlängert, um jedes Lecken zu vermeiden. Man kann ihn übrigens mit Reifen ausstatten, oder an seinem Umfange irgendeine bekannte Dichtung vorsehen. Zur Abdichtung der Kolben- und Schieberstange dient eine Packung 11, die zwischen einem Grundring 10 und einer durch Schrauben 13 angezogenen Brille 12 sitzt. Der Schieber und der Pumpenkolben erhalten ihre Bewegung mittels zweier unabhängiger Stangen 14 und 15, mit denen Schieber- und Kolbenstange ohne Gelenk durch Pflöcke 16 verbunden sind, die auf den Stangen 14 und 15 verkeilt sind. Die Bewegung der Stangen 14 und 15 entspricht derjenigen der von ihnen abhängigen Organe und wird derart geregelt, daß die den Kolben 7 bewegendende Stange 15 am Ende jedes Hubes einen Stillstand erhält, während die Stange 14 für den Schieber, die gegenüber der Stange 15 entsprechend dem Steuerungsdiagramm voreilt, ihre Bewegung fortsetzt.

Beim dargestellten Ausführungsbeispiel wird die Bewegung der Stangen 14 und 15 durch eine Rolle 17 und 18 (Fig. 37) mit einer Kulisse

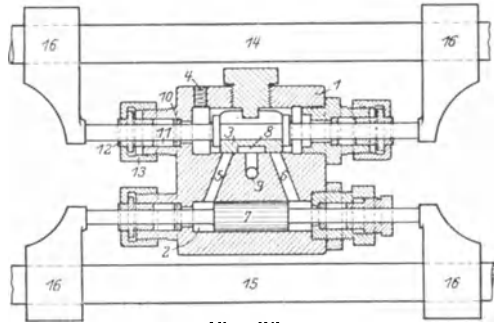


Fig. 36.

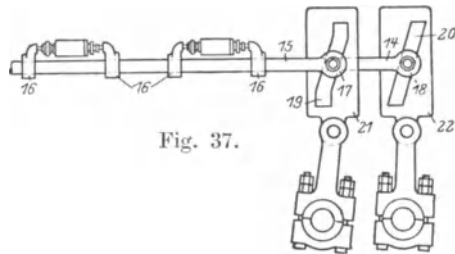


Fig. 37.

19 oder 20 einer Scheibe 21 oder 22 hervorgerufen, die durch einen Kurbeltrieb eine hin- und hergehende geradlinige Bewegung erhält; damit die Steuerstange 15 für den Kolben am Ende jedes Hubes eine Zeitlang stillsteht, hat die Kulisse 19 der Scheibe 21 an ihren beiden Enden eine Raststrecke, die parallel der Scheibenbewegung derart verläuft, daß beim Lauf der Rolle 17 in diesem Kulissentheil die Stange 15 vollständig stillsteht. Man kann in der Kulisse der Scheibe 21 diese Parallelstrecke vermeiden und Stillstand der Stange 15 dadurch erzielen, daß man die Kulisse breiter als den Rollendurchmesser hält. Man könnte auch den Stillstand am Hubende der Stange 15 vermeiden und statt dessen am Hubende des Kolbens 7 den Stillstand dadurch erzielen, daß man den Abstand der Pflöcke 16 größer als die Kolbenstangenlänge hält. Infolge dieses Spieles zwischen dem Ende der Kolbenstange 7 und den Pflöcken könnte man auch zur Bewegung der Stange 15 einen Kurbeltrieb benutzen, man kann auch einen Daumen oder jede andere geeignete Vorrichtung verwenden.

Wie Fig. 37 zeigt, erstrecken sich die Stangen 14 und 15 über die ganze Länge der Spinnmaschine und steuern durch die Pflöcke 16 alle Pumpen dieser Maschine, die hintereinander angeordnet sind. Die die Pumpe verlassende Zellstofflösung wird zu einer Düse oder Rampe geführt, auf der Haarröhren angeordnet sind. Auf dem Wege dahin ist ein Windkessel angeordnet, in dem der Förderdruck herrscht. Infolge der Nachgiebigkeit der im Windkessel eingeschlossenen Luft versorgt die unten im Windkessel enthaltene Zellstofflösung die Düse oder Rampe während der Stillstandszeit des Pumpenkolbens.

Es ist zu bemerken, daß bei der beschriebenen Bauart infolge des zeitweiligen Stillstandes des Pumpenkolbens 7 am Ende jedes Hubes die Förderung und Ansaugung der Pumpe während der Umkehr der Verbindungen durch den Schieber 3 aufgehoben sind. Nichtsdestoweniger empfängt während dieses Kolbenstillstandes diejenige Zylinderseite, die die unter Druck ankommende Zellstofflösung aufnahm, diese noch einige Zeit nach dem Kolbenstillstande derart weiter, daß die Zellstofflösung den Zylinderraum vollständig auffüllt. Andererseits kann man wegen des Kolbenstillstandes Dichtigkeit des Verteilers dadurch sichern, daß man einen Schieber mit äußerer und innerer Überdeckung nimmt, bei dem die Stärke der das Schiebergehäuse vom Innenkanal des Schiebers trennenden, also den Einlaßdruck vom Förderdruck scheidenden Wange des Schiebers der Weite der mit dem Zylinder in Verbindung stehenden Öffnungen überlegen ist, und es ist klar, daß, obwohl die Zellstofflösung nicht zusammendrückbar ist, man jeden Verlust sicher vermeidet und Mengenabgabe von 100% verwirklicht.

Patentansprüche: 1. Pumpe mit gesteuertem Verteiler für die Verspinnung von Zellstofflösungen, dadurch gekennzeichnet, daß, um eine vollkommene Mengenleistung zu erzielen, und unter Dichtungssicherung des Verteilers durch äußere und innere Überdeckung der Pumpenkolben an jedem Hubende eine Zeitlang stillsteht, während welcher Zeit die Umkehr der Verbindungen stattfindet, weil der Verteiler seine Bewegung fortsetzt.

2. Pumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kolbensteuerstange von einer Kulisse bewegt wird, die rechtwinklig zur Stangenrichtung liegende Teile aufweist, oder wobei zwischen dem Kulissenstein und dieser Kulisse Spiel besteht oder irgendein anderes Spiel oder eine entsprechende Anordnung vorgesehen ist, die den Stillstand der Kolbenstange an jedem Hubende bedingt.

3. Pumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Kolbenstange und Schieberstange von zwei Stangen bewegt werden, die in jedem Augenblick die gleiche und gleichgerichtete Geschwindigkeit wie die gesteuerten Organe besitzen und Pflöcke tragen, mittels deren die Verstellung der abhängigen Organe stattfindet.

4. Pumpe nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuerstangen (14 und 15) sich über die ganze Stuhllänge erstrecken und auf die verschiedenen hintereinander angeordneten Stuhlpumpen wirken.

Nach Denis.

77. M. Denis. Maschine zum Spinnen künstlicher Seide.

Franz. P. 423 934; D.R.P. 247 827 Kl 29a vom 28. XII. 1909 (gelöscht).

Die Maschine zeichnet sich vor bekannten gleichartigen dadurch aus, daß die Spinndüsen nicht unmittelbar auf dem Verteilerrohr für die Lösung, sondern in Gruppen auf besonderen Rohren angeordnet sind, die sich von dem Verteilerrohr abzweigen. Es ergibt sich daraus, daß man auf derselben Länge des Verteilerrohres eine viel größere Menge Spinndüsen anordnet und damit bei gleicher Raumbeanspruchung die Produktion erhöhen kann. Die Anordnung der Spinndüsen auf abgezweigten Rohren bietet noch den Vorteil, daß man am Ende eines jeden Rohres ein sehr wirksames Filter anordnen und daß man bei Störung einer Spinndüse einer Gruppe durch Schließen eines in dem Zuführungsrohr angebrachten Hahnes alle Spinndüsen derselben Gruppe ausschalten kann. Außerdem enthält die Maschine eine Einrichtung, die die gleichmäßige Bildung der Spulen sichert, die in konischen Zonen bewickelt werden. Fig. 38 ist ein senkrechter Schnitt durch die Maschine, Fig. 39 zeigt in vergrößertem Maßstabe das Verteilerrohr für die Lösung und die Röhren mit den Ansätzen für die Spinndüsen, Fig. 40, 41 und 42 beziehen sich auf den Antrieb der Fadenführer. Die von dem Hauptverteilerrohr 45 für die Spinnlösung abzweigenden Hilfsverteiler 46 und 47 haben mit Bohrungen und Gewinde versehene Stützen 54 für die Aufnahme der Spinndüsen. Am Ende jedes Hilfsverteilers ist ein Filter 52 angeordnet, durch das die Spinnlösung gehen muß, ehe sie nach den Spinndüsen

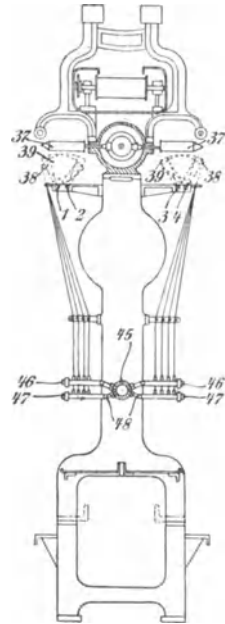


Fig. 38.

gelangt. Jeder Hilfsverteiler ist für sich von dem Hauptrohr absperrbar. Nach der Zeichnung ist der Hilfsverteiler direkt aufgeschraubt und bildet die Verlängerung der inneren Bohrung des

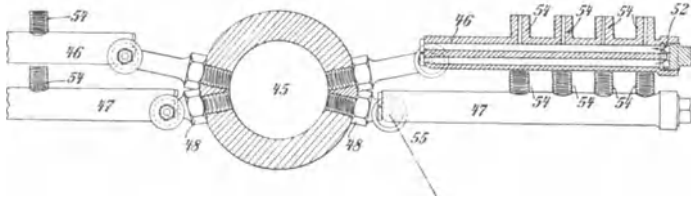


Fig. 39.

in das Hauptrohr 45 geschraubten Rohres 48. Schwenkt man den Verteiler 47 in die punktierte Lage 55, so ist die Verbindung mit dem Hauptrohr unterbrochen. Die aus den Spindnüssen eines Verteilers austretenden Fäden werden auf Hülsen 37 mit kegelförmigem Fuß

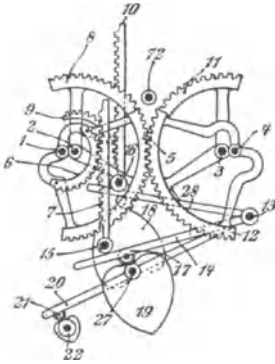


Fig. 40.

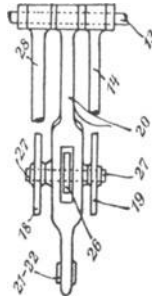


Fig. 41.

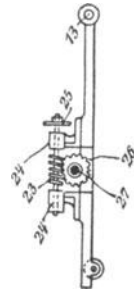


Fig. 42.

aufgewickelt, welche mit einer abwechselnd gleichmäßig beschleunigten und gleichmäßig verzögerten Bewegung in Umdrehung versetzt werden, derart, daß die lineare Geschwindigkeit des sich auf den Konen aufwickelnden Fadens konstant ist. Um ein vollkommen gleichmäßiges



Fig. 43.

Aufwickeln der Fäden auf den Hülsen zu erzielen, muß man für jede Hülse einen Fadenführer anordnen, dessen Schwingung der Höhe der Kegelstumpfteile der Hülse (Länge A in Fig. 43) entspricht, wobei der Schwingungsmittelpunkt des Fadenführers sich nach Bildung jeder konischen Zone um den Durchmesser des aufgewickelten Fadens ver-

schiebt. Außerdem ist jeder Fadenführer mit einem zweiten Führer verbunden, der sich vor einer leeren Hülse bewegt, die eine neue Spule bilden soll, wenn die vorhergehende fertig bewickelt ist. Da die Maschine nach zwei Seiten arbeitet, so sind für die Bewegung der Fadenführer nötig: a) zwei voneinander unabhängige Fadenführerstangen für jede Seite der Maschine, b) eine Kupplung für zwei einander gegenüberliegende Stangen, c) die synchrone Bewegung aller Stangen in demselben Sinne und hinsichtlich der Schwingung, d) eine besondere Verschiebungsbewegung für jede der gekuppelten Gruppen derart, daß unter Beibehaltung der Richtung der Verschiebung die eine sich am Anfang der Bildung einer Spule befindet, während die andere diese Bildung beendet. Diesen Bedingungen wird durch das in Fig. 40—42 dargestellte Getriebe entsprochen. Fig. 40 stellt den Antrieb für die Stangen 1, 2, 3 und 4 dar, auf denen die Fadenführer 38 und 39 (Fig. 38) aufgekeilt sind. Fig. 41 zeigt diese Teile von der Seite und Fig. 42 von unten. Der oben unter a) genannten Bedingung genügen die Stangen 1 und 2 auf der einen und 3 und 4 auf der anderen Seite der Maschine. Der Bedingung b) wird genügt durch Eingriff einerseits des auf der Stange 1 aufgekeilten Zahnbogens 5 mit dem auf der Stange 4 aufgekeilten Zahnbogen 12 und andererseits des auf 2 aufgekeilten Zahnbogens 8 mit dem auf der Stange 3 sitzenden Zahnbogen 11. Bogen 5 trägt den kleineren Zahnbogen 6, der mit der Zahnstange 7 in Eingriff steht. Die Zahnstange 7 trägt an ihrem unteren Ende die Laufrolle 15. Der Zahnbogen 8 der Gruppe 2/3 trägt einen kleineren Zahnbogen 9, der durch die Zahnstange 10 bewegt wird. Zahnstange 10 trägt an ihrem unteren Ende die Laufrolle 16. Um eine feste Achse 13 schwingt unter der Einwirkung eines Exzenters 22 ein Hebel 20. Auf einer Achse 27 dieses Hebels 20 ruhen die Hebel 14 und 28, die also mit dem Hebel 20 schwingen. Hebel 14 bewegt die Rolle 15 der Stange 7 und Hebel 28 die Rolle 16 der Stange 10. Der Exzenter 22 erteilt durch die Zahnstangen und Zahnbögen den Stangen 1, 2, 3, 4 und den Fadenführern; die darauf befestigt sind, eine Bewegung, deren Umfang gleich ist der Länge des konischen Teiles 118 (Fig. 43). Wir haben also hier die synchrone Bewegung in bezug auf die konstante Ausschlagsweite und die Drehungsrichtung der Stangen 1/4 und 2/3. Dadurch ist der Bedingung c) entsprochen. Zur Erfüllung der Bedingung d) ruhen die Hebel 14 und 28 nicht unmittelbar auf der Achse 27 des Hebels 20, sondern auf Daumen 18 und 19, die auf der Achse 27 befestigt sind. Die Achse 27 wird nun in folgender Weise bewegt: Mit einem Zahnrad 26, welches auf der Achse 27 sitzt (Fig. 41 und 42), steht eine Schnecke 23 in Eingriff, die in den Lagern 24 ruht und von dem gezahnten Rade 25 bewegt werden kann. Macht der Hebel 20 unter der Einwirkung des Exzenters 22 eine Bewegung nach oben, so wird das Rad 25 durch eine feste Klinke, an die es schlägt, um n Zähne gedreht. Dadurch werden Rad 26, Achse 27 und die Daumen 18 und 19 entsprechend gedreht. Die Hebel 14 und 28, welche auf den Daumen 18 und 19 aufliegen, erhalten also außer der Bewegung durch den Hebel 20 jeder eine besondere Bewegung durch Drehung der Daumen 18 und 19. Die

gegeneinander gerichtete Stellung von 18 und 19 sichert einen vollkommenen Kreislauf. Wenn man die arbeitenden Fadenführer als aktive und die leerlaufenden als passive bezeichnet, so gehen, während die aktiven Fadenführer ihre Vorwärtsbewegung zur Bildung der Spule vollführen, die passiven Fadenführer zurück in die Anfangsstellung, in die sie gelangen, wenn sie zu aktiven werden.

Die Ansprüche des D.R.P. lauten:

1. Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide, bei welcher die Fadenbildner gruppenweise auf Hilfsverteiltern angeordnet sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Hilfsverteiler selbst zu zweien oder mehreren und dabei derart angeordnet sind, daß sie eine Drehung in senkrechter Richtung auszuführen vermögen, wobei mit der Drehung der Hilfsverteiler nach unten gleichzeitig ein Abschließen der letzteren gegen die Zuführung stattfindet.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß jeder Hilfsverteiler 46, 47 zwei parallel zueinander verlaufende Bohrungen besitzt, die durch eine gemeinsame Kammer miteinander verbunden sind, wobei in letzterer eine Filterplatte 52 od. dgl. derart angeordnet ist, daß sie die in die Kammern langenden Enden der Bohrungen verschließt und die Lösung zwingt, vor dem Zutritt zu den Fadenbildnern zweimal durch die Filtermasse hindurchzugehen.

78. M. Denis. Vorrichtung zum Sortieren vollbewickelter Spulen.

D.R.P. 233 627 Kl. 76d vom 28. XII. 1910 (gelöscht); franz. P. 423 934.

Der der Vorrichtung zugrunde liegende Zweck wird dadurch erreicht, daß man die Spulen nach ihrem Gewicht sortiert. Man kann, ohne fehlzugehen, annehmen, daß bei dem normalen Betrieb einer Spinnmaschine die Zeit für das Aufspulen des Fadens konstant ist, so daß das Gewicht jeder Spule direkt proportional der Feinheit des aufgespulten Fadens ist, vorausgesetzt natürlich, daß die Dorne, auf welche man die Fäden aufspult, genau abgewogen, d. h. sowohl im Gewicht wie auch im Durchmesser einander gleich sind. Dadurch ist man in der Lage, ein Sortieren entsprechend der Fadenfeinheit vorzunehmen, indem man die vollbewickelten Spulen nach ihrem Gewicht verteilt.

Fig. 44 stellt die neue Vorrichtung in einer Gesamtansicht dar, wohingegen Fig. 45, 46, 47 und 48 Einzelheiten zeigen. Die Spule, welche von der Arbeiterin abgenommen ist, wird auf ein endloses Band 1 aufgebracht, welches sie in eine Rinne 2 befördert, von der sie einem Aufgeber 3 zugeführt wird. Dieser Aufgeber wird zusammen mit der ganzen im folgenden beschriebenen Sortiervorrichtung von einer gemeinschaftlichen Welle 4, die sich in dauernder Umdrehung befindet, angetrieben. Der Aufgeber wird mittels einer Zahnstange 5, welche an einem durch einen Daumen 4a der Welle 4 bewegten Hebel 6 angelenkt ist, in abwechselnde Umdrehung versetzt. Wenn der in dem betreffenden Aufgeber vorgesehene Längsschlitz frei ist, so kann eine der in der Rinne 2 vorhandenen Spulen in den Längsschlitz eintreten und gelangt alsdann,

indem sie von dem sich drehenden Aufgeber mitgenommen wird, in einen Trog 7, welcher auf dem äußersten Ende eines Hebelarmes 8 befestigt ist. Dieser Hebel 8 besitzt bei 9 eine Drehachse und ist durch ein Gegengewicht, fernerhin aber durch einen Wagebalken 10, der auf dem Gegengewicht aufliegt, ausbalanciert. Die Einrichtung dieser Wage ist derart getroffen, daß die verschiedenen Ausschläge des Zeigers 10' des Hebels 8 über einem Bogen oder einer Skala 11 den verschiedenen Gewichten der Spulen und damit den verschiedenen Feinheitsgraden

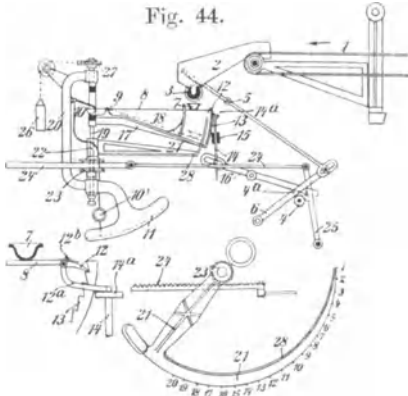


Fig. 45.

Fig. 46.

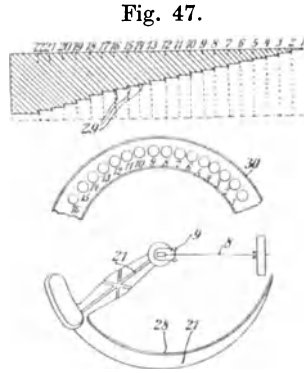


Fig. 47.

Fig. 48.

der hergestellten Fäden entsprechen. Es ist nun notwendig, eine Einrichtung zu treffen, welche die Fehler vermeidet, die durch das heftige Auftreffen der Spule auf den Trog 7 und das damit verbundene starke Schwingen der Arme 8 und 10 verursacht werden würden. Hierzu können verschiedene, an sich bekannte Einrichtungen benutzt werden. Bei dem in der Zeichnung veranschaulichten Ausführungsbeispiel wird der Hebel 8 an seinem äußeren Ende mit einer Schwanzklinge 12 versehen, welche, unter der Wirkung einer kleinen Feder 12b stehend, das Bestreben hat, in die Verzahnung eines Zahnbogens 13 einzugreifen und sich dort festzulegen. Um ein solches dauerndes Festlegen der Klinge zu verhüten, ist andererseits eine senkrechte Stange 14 vorgesehen, welche bei 15 geführt und mit dem Hebel 16 verbunden ist und mittels eines auf der Achse 4 aufgekeilten Daumens 4a die folgenden Bewegungen ausführt: Wenn die Spule in den Trog 7 hineingelangt ist, so hat der Hebel 8 das Bestreben, sich zu senken. Der Schwanz 12a der auf dem Hebel 8 angeordneten Klinge 12 stützt sich nun auf eine am oberen Ende der Stange 14 angeordnete Platte 14a und hebt damit die Klinge aus der Verzahnung des Bogens 13 heraus, worauf gleichzeitig der Steuerdaumen die Stange 14 langsam, gleichmäßig und vollständig stoßfrei senkt. In einem gegebenen Augenblick stellt sich nun bei diesem gleichmäßigen Niedergang der Stange 14 das Gleichgewicht zwischen dem Gewicht der Spule und demjenigen der Ausgleichwage ein, worauf nunmehr die für sich noch weiter nach

unten gehende Stange 14 den Schwanz der Klinke 12 freigibt. Letztere legt sich nunmehr unter der Wirkung der kleinen Feder 12b in die Zahnung des Zahnbogens 13 und wird also an einem Punkt aufgehalten, welcher dem Gewicht der eingeführten Spule entspricht. Der Zahnbogen 13 ist auf dem äußersten Ende eines Hebels 17 angeordnet, welcher überdies die Führung 18 des Hebels 8 und gleichzeitig den Bolzen 9 trägt, um den sich der Hebel 8 dreht. Der Arm des Hebels 17 ist um eine Achse 19, welche in dem Gestell 20 gelagert ist, drehbar.

Unabhängig von dem Hebelarm 17 und der Achse 19 ist auf letzterer ein weiterer Hebel 21 schwingbar angeordnet, der mittels der Nabe 22 mit einem Triebrad 23 in Verbindung steht, welches letzteres sich mit einer Zahnstange 24 in Eingriff befindet. Diese Zahnstange ist ihrerseits mit einem durch einen auf der Welle 4 aufgekeilten Daumen beeinflussten Hebel 25 verbunden, wobei ein Gegengewicht 26, welches eine auf der Achse 19 aufgekeilte Scheibe 27 beeinflusst, das Bestreben hat, die Achse 19 in ihre ursprüngliche Stellung zurückzubewegen, wenn die Wirkung der Zahnstange 24 unterbrochen wird oder aufhört. Das Ende des Hebels 21 ist mit einem Bogenstück 28 versehen, das — wie Fig. 47 in der Abwicklung zeigt — eine Anzahl Einkerbungen 29 aufweist. Jede dieser Einkerbungen entspricht je einer der mittleren Stellungen des Wagebalkens oder Hebels 8 und weiterhin einem bestimmten Feinheitsgrade des zu sortierenden Fadens. Der mit der Skala oder den Einkerbungen 29 versehene Bogen 28, welcher weiterhin als „Sortierer“ bezeichnet wird, beschreibt im gegebenen Augenblick eine schwingende Bewegung um die Achse 19 und vollführt hierbei einen gleichmäßigen Weg, der hier als Halbkreis, also zu 180° , angenommen werden soll. Hier sei angenommen, daß zwischen je zwei Einkerbungen eine Winkelstrecke von 10° liegt, und daß die eingeworfene Spule den Hebel 8 in eine Stellung bewegt, welche der zweiten Einkerbung 29² entspricht. Der Sortierer trifft nun auf seiner konstanten Drehbewegung um 180° mit seinem Einschnitt 29² den Hebel 8 und nimmt diesen, ebenso wie den Zahnbogen 13, und die Führung 18 mit. Alle diese Teile durchlaufen nun zusammen mit dem Sortierer einen Winkel von $180 - 10 = 170^\circ$, so daß der Trog über einen der Schächte oder Kanäle 30 (Fig. 48) gedreht wird, welcher letztere den verschiedenen Gewichten der Spulen entsprechen. Bei dem gewählten Beispiel würde die Spule in den mit dem Bezugszeichen 2 versehenen Schacht des Bogenstückes 30 gelangen, was derart vonstatten geht, daß an der betreffenden Stelle eine Nase oder ein Hebel od. dgl. den Trog kippt und damit die Abgabe der Spule in den betreffenden Kanal oder Schacht 30² veranlaßt.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Sortieren vollbewickelter Spulen, dadurch gekennzeichnet, daß die durch eine Transportvorrichtung zugeführten fertigen Spulen einzeln auf einen Wagebalken (8) gebracht werden, welcher sich alsdann um eine vertikale Achse (19) um einen seinem Niedergang entsprechenden Winkel dreht und bei dieser Schwingung über einen der Fadenfeinheiten entsprechenden Kanal oder Schacht gelangt, in den die auf dem Wagebalken befindliche Spule abgegeben wird, wobei die Drehung des Wagebalkens dadurch bewirkt wird, daß

letzterer auf eine von mehreren in gleichen Zwischenräumen und Abständen voneinander vorgesehenen Einkerbungen (29) eines in abwechselnde Umdrehung versetzten Bogenstückes (28) auftrifft oder in die betreffende Einkerbung eingreift so daß das Sortieren der Spulen vollkommen selbsttätig erfolgt.

Nach Boullier.

79. J.-A.-E.-H. Boullier. Herstellung glänzender und weicher Kunstseidefäden aus Kollodium mit Aceton oder Essigester.

Franz. P. 368 190; brit. P. 16 512¹⁹⁰⁷.

Kollodium, welches mit Aceton oder Essigester hergestellt ist, gibt nur dann gute Fäden, wenn man die Dampfspannung dieser Lösungsmittel erhöht und sie der von Äther-Alkohol möglichst nahe bringt. Dies kann geschehen durch Verspinnen bei etwa 30—40° C¹⁾, oder durch Zusatz von Äther oder anderen Körpern mit höherer Dampfspannung, oder durch Spinnen in möglichst trockener Luft oder durch vereinigte Anwendung mehrerer dieser Mittel.

Nach Boullier & Lafais.

80. Société Boullier & Lafais, Paris. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden aus Aceton- oder anderem Kollodium.

D.R.P. 210 867 Kl. 29a vom 14. VII. 1908 (gelöscht); franz. P. 392 442; brit. P. 15 015¹⁹⁰⁸.

Verwendet man Aceton als Lösungsmittel für Nitrozellulose, so scheint die günstigste mittlere Temperatur für das Verspinnen zwecks Erzielung glänzender und weicher Fäden etwa 40° C zu sein. Je nach dem Feuchtigkeitsgehalt der Luft kann diese Temperatur um einige Grade erhöht oder vermindert werden. Wird das Aceton mit einer geringen Menge Essigester vermischt, was eine Erhöhung der Festigkeit des Fadens zur Folge hat, so muß die Verspinnntemperatur etwas erhöht werden, und allgemein muß diese Temperatur im umgekehrten Verhältnis zur Dampfspannung des verwendeten Lösungsmittels erhöht werden.

Zweck der Erfindung ist nun, für die Erzielung dieser für das Verspinnen geeigneten Temperatur eine örtliche Wärmequelle vorzusehen, die durch Strahlung auf die Fäden beim Verlassen der Spinnmaschine einwirkt und dazu dient, nur das die Fäden umgebende Mittel auf dem geeigneten Wärmegrad zu erhalten, ohne aber die übrige Umgebung, wo sich die Spinnmaschine befindet, zu beeinflussen. Es ist bekannt, die Kunstseidenfäden unmittelbar nach ihrem Austritt aus den Spinn-düsen dem Einfluß einer Wärmequelle auszusetzen, indem man sie entweder über eine geheizte Trommel führt oder beim Führen über eine nicht geheizte Trommel strahlender Wärme aussetzt. In beiden Fällen erleidet der eben gesponnene Faden eine Formveränderung. Zur Vermeidung dieses Übelstandes wird der Faden gemäß der vorliegenden

¹⁾ Das brit. P. gibt 35—45° C an.

Erfindung freihängend an der Wärmequelle vorbeigeführt. Die Zeichnung veranschaulicht in Fig. 49 und 50 schematisch im Aufriß und in Seitenansicht eine gewöhnliche Spinnmaschine, die so eingerichtet ist, daß das Verspinnen des Kollodiums unter den geeigneten Temperaturbedingungen erfolgen kann. Wie aus der Zeichnung ersichtlich, kann dieses Ergebnis dadurch erzielt werden, daß man auf der Vorderseite

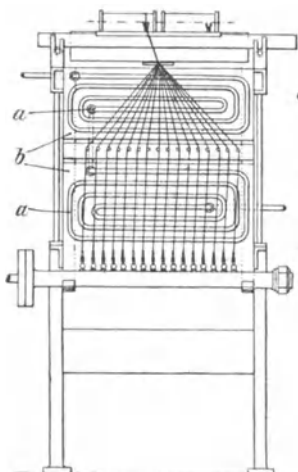


Fig. 49.

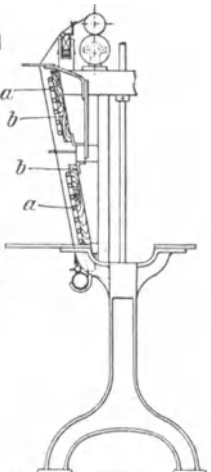


Fig. 50.

der Spinnmaschine hinter den Fadendüsen einen Radiator *a* anordnet, der auf irgendeine Weise (durch Dampf, heiße Luft, elektrischen Strom usw.) erhitzt wird, und der so auf der Tragplatte *b* angebracht ist, daß auf die gesamten Fäden während ihres Durchganges von den Düsen zu den Wickelspulen die Temperatur ausstrahlt wird, die für das Verspinnen des Kollodiums erforderlich ist. Die Vorderseite der Spinnmaschine könnte mit einer Schutzhülle

versehen werden, um jede Ausstrahlung über die Zone hinaus, die erhitzt werden soll, zu vermeiden, was die Wärmeausnutzung noch erhöhen würde.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden aus Aceton- oder anderem Kollodium, bei welchem die Fäden nach dem Austritt aus den Düsen strahlender Wärme ausgesetzt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden freihängend an der Wärmequelle vorbeigeleitet werden.

Nach Bouillot.

81. Ch. Bouillot. Vorrichtung zur Herstellung glänzender Fäden aus Pasten von Nitrozellulose und Aceton.

Franz. P. 373 947.

Lösungen von Nitrozellulose in Aceton geben beim Verspinnen in der üblichen Weise trübe, glanzlose Fäden. Es beruht dies darauf, daß der Wasserdampf der Luft, durch die der Faden geht, Veranlassung zur Bildung eines Hydrats gibt. Dies wird dadurch vermieden, daß der Faden gleich nach seiner Bildung über eine polierte, durch Dampf, Gas oder ein anderes Mittel erhitzte Walze geführt und danach aufgespult wird. Die ganze Vorrichtung ist in einem Kasten eingeschlossen, aus dem die entwickelten Dämpfe abgesaugt und wiedergewonnen werden. (2 Zeichnungen.)

Nach Vittenet.

82. H. E. A. Vittenet, Lyon-Montplaisir, Frankr. Verfahren zur Herstellung von künstlicher Seide und Gewebestoffen aus Pyroxylin - Acetonlösungen.

D.R.P. 171 639 Kl. 29b vom 7. II. 1905 (gelöscht); franz. P. 350 383, mit Zusatz 5491; brit. P. 1689¹⁹⁰⁵; österr. P. 24 849; Ver. St. Amer. P. 842 125.

Die Lösung von Pyroxylin in Aceton gibt ein Kollodium, welches dem mit Alkohol-Äther erhaltenen in seinem physikalischen Aussehen sehr nahe steht und auch ebensogut bei gleicher Viskosität versponnen werden kann. Der erhaltene Faden besitzt aber in beiden Fällen nicht die gleichen Eigenschaften. Während der aus Alkohol-Äther-Kollodium erhaltene Faden vollkommen durchsichtig ist und einen der Seide ähnlichen Glanz sowie Geschmeidigkeit besitzt, ist der aus Pyroxylin in Aceton erhaltene Faden undurchsichtig und brüchiger. Dies ist besonders dann der Fall, wenn das Verspinnen in feuchter Luft erfolgt oder die Acetonlösung Wasser enthält. Beide Fälle müssen aber bei der Herstellung künstlicher Seide eintreten. Die unerwünschten Eigenschaften des Kollodiums aus Pyroxylin und Aceton dürften darauf zurückzuführen sein, daß sich zwischen Aceton und Pyroxylin eine molekulare Verbindung bildet, die nach der Entfernung des Acetonüberschusses, durch welchen die Verbindung in Lösung gehalten wurde, in Aussehen und Eigenschaft mehr dem Zelluloid als der künstlichen Seide ähnlich erscheint.

Die Erfindung bezweckt, den geschilderten Übelstand bei der Anwendung von Aceton-Kollodium zu vermeiden. Zu diesem Zwecke löst man in dem Aceton vor der Verspinnung eine passende Menge schwefliger Säure. Die so erhaltene Pyroxylin-Acetonlösung kann in der gewöhnlichen Atmosphäre oder in einer Atmosphäre von schwefliger Säure allein, oder mit trockener oder feuchter Luft vermischt, versponnen werden. Die Verwendung des Acetons ist wegen seines geringeren Preises und seiner leichteren Gewinnbarkeit empfehlenswert. Der gewonnene Faden ist haltbarer als der mit Alkohol-Äther erhaltene. Man kann auch eine Lösung von Pyroxylin in reinem Aceton in einer schweflige Säure enthaltenden Atmosphäre verspinnen. Zur Ausführung der Erfindung kann Aceton allein oder nach Zusatz von schwefliger Säure verwendet werden. In letzterem Falle leitet man einen Strom schwefliger Säure in das Aceton, bis eine der gewünschten Säuremenge entsprechende Gewichtszunahme erfolgt ist. Die Menge der schwefligen Säure kann von einigen Tausendstel bis 30% schwanken. Die letztere Menge ist die Grenze der Löslichkeit der schwefligen Säure in Aceton. Man wird bemüht sein, eine möglichst geringe Menge schwefliger Säure zu verwenden. Mit dem steigenden Wassergehalte der Mischung muß auch die Menge schwefliger Säure steigen. Zu dieser Lösung von schwefliger Säure in Aceton fügt man dann Pyroxylin in einer je nach der gewünschten Viskosität wechselnden Menge. Die erhaltene homogene Mischung wird dann versponnen, wobei die oben angegebene Atmosphäre benutzt werden kann.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von künstlicher Seide und Gewebestoffen aus Pyroxylin-Acetonlösung, dadurch gekennzeichnet, daß die Verspinnung in Gegenwart von schwefliger Säure erfolgt.

2. Eine Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Pyroxylin in schweflige Säure enthaltendem Aceton gelöst und dann versponnen wird.

3. Eine Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kollodium-Acetonlösung in einer Atmosphäre von schwefliger Säure, welche auch trockene oder feuchte Luft enthalten kann, versponnen wird.

4. Eine Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Verspinnung der schweflige Säure enthaltenden Pyroxylin-Acetonlösung in einer Atmosphäre von schwefliger Säure, welche auch trockene oder feuchte Luft enthalten kann, erfolgt.

Vgl. hierzu die Vorrichtung nach D.R.P. 194 825, S. 143.

83. H. E. A. Vittenet. Verfahren zur Erzielung glänzenden und seidenartigen Aussehens bei Kunstseide.

Franz. P. 386 109.

Beim Verspinnen von Nitrozellulosepaste, besonders mit Aceton hergestellter, wird in der Nähe der Spinnöffnungen die Luft auf möglichst niedrigem Feuchtigkeitsgrade dadurch erhalten, daß in den unteren Teil der Spinnvorrichtung gekühlte Luft eingeleitet wird, die an der Decke des Arbeitsraumes abgeleitet und wieder der Kühlvorrichtung zugeführt wird. Auch im oberen Teil des Arbeitsraumes sind Kühlrohre angeordnet. Im oberen Teil der Spinnvorrichtung dagegen hinter den Spulen befinden sich Heizrohre, die mit den Spulen von einem Mantel umgeben sind und die auf den Spulen befindlichen Fäden auf einer Temperatur von etwa 60—70° erhalten. Es wird z. B. mit Luft von 50% Feuchtigkeit bei 10—13° C und dann bei einer Temperatur von 70° bei den Spulen gearbeitet. (5 Zeichnungen.)

Nach Cordonnier-Wibaux.

84. A.-C. Cordonnier-Wibaux. Verbesserungen in der Herstellung von Kunstseide, besonders solcher aus Acetonkollodium.

Franz. P. 401 343.

Um beim Spinnen von Acetonkollodium eine möglichst gleichmäßige Erhitzung des Fadens zu erzielen, die zur Erzielung eines glänzenden Fadens notwendig ist, befindet sich jeder Faden zwischen zwei Wärmequellen und wird schnell zwischen ihnen hindurchgeführt. Hinter den Fäden und den Wärmequellen befindet sich als Wärmeschutz ein fester oder beweglicher, durchsichtiger Schirm, und vor den Fäden ist ein verschiebbares Glasfenster angeordnet, welches der Arbeiterin ermöglicht, bei Fadenbrüchen zu der Spinnvorrichtung zu gelangen. Durch diese Anordnung wird auch die Wiedergewinnung der Lösungsmittel erleichtert, da sie in verhältnismäßig engen Räumen verdampfen.

Das beschriebene Erhitzen des Fadens ist auch bei anderen Kunstseiden, z. B. Kupferseide, anwendbar.

Nach Fivé.

85. L. Fivé, Brüssel. Vorrichtung zur Regelung der Fadenspannung bei der Herstellung von künstlicher Seide.

D.R.P. 200 824 Kl. 29a vom 19. II. 1907 (gelöscht).

Bei der Herstellung künstlicher Seide, z. B. aus Kollodium, ist es vorteilhaft, die Spannung der Fäden beliebig verändern zu können, um so unter Regelung des Zuges und der Geschwindigkeit der Aufwickelspulen Fäden von bestimmter Stärke zu erhalten.

Die Erfindung betrifft eine diesem Zwecke dienende Vorrichtung, bei der ein zweckmäßig halbkreisförmiger, kammartig ausgebildeter Fadenführer verwendet wird, welcher verschiebbar ist, und über den die künstlichen Fäden laufen, ehe sie auf die Spule aufgewickelt werden. Durch lot- und wagerechte Verschiebung des Kammes, die auf irgendeine Art von Hand oder mechanisch erfolgen kann, hat man es in der Hand, die Fadenspannung beliebig zu regeln.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Regelung der Fadenspannung bei der Herstellung künstlicher Seide, insbesondere aus Kollodium, unter Verwendung eines kammartigen Fadenführers, dadurch gekennzeichnet, daß der Fadenführer lotrecht und wagerecht verstellbar ist. (2 Zeichnungen.)

Nach Société anonyme des Celluloses Planchon.

86. Société anonyme des Celluloses Planchon, Lyon, Frankr. Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide.

D.R.P. 219 128 Kl. 29a vom 28. VII. 1908 (gelöscht); franz. P. 399 218.

Unter den bekannten Vorrichtungen zum Spinnen künstlicher Seide gibt es unter anderem solche, bei denen die z. B. in einem Antriebsrad gelagerten Spinndüsen in Drehung versetzt werden, um die ausgepreßten Fäden umeinander zu winden und beim Bruch eines der zu einem Faden zu vereinigenden Einzelfäden diesen selbsttätig wieder an die anderen anzulegen¹⁾. Andererseits sind auch solche Einrichtungen bekannt, bei denen drehbare Spinntöpfe verwendet werden, in denen der Faden nach dem Verlassen der Spinndüse und der Gerinnungsbäder aufgefangen wird.

Vorliegende Erfindung bezieht sich auf Verbesserungen an Vorrichtungen, bei welchen die beiden erwähnten Maßnahmen vereinigt sind; sie bezweckt, die Leistungsfähigkeit der Vorrichtung zu erhöhen, ohne den Bruch des Fadens befürchten zu müssen. In der Zeichnung ist die Einrichtung in Fig. 51 teilweise im senkrechten Schnitt veranschaulicht; sie kann gewissermaßen als ein Element angesehen werden, von dem mehrere, an einem geeigneten Gestell untergebracht, gleichzeitig dieselbe Leistung verrichten. Fig. 52 ist ein Schnitt nach Linie A—A der Fig. 51, bei dem beispielsweise zwei hintereinander angeordnete Elemente nach Fig. 51 gezeigt sind. Jedes der Elemente der Vorrichtung besteht aus der eine ständige Bewegung ausführenden Düse *c* und aus dem ebenfalls in Drehung zu setzenden Behälter *d*, welcher dazu be-

¹⁾ Siehe S. 749 ff.

stimmt ist, den aus der Düse *c* herausgepreßten Faden in Gestalt einer Spirale aufzunehmen, und der, um diesen Faden zum Erstarren zu bringen, mit einer geeigneten, beliebig zusammengesetzten Gerinnungsflüssigkeit gefüllt ist.

Die Düse *c* steht mit dem Behälter *a*, der die Nitrozelluloselösung od. dgl. enthält, durch Vermittlung einer biegsamen Röhre, z. B. eines Schlauches *t*, in Verbindung; sie ist mit einer ein Filter enthaltenden Kammer *u* und mit einem Hahn *r* ausgestattet

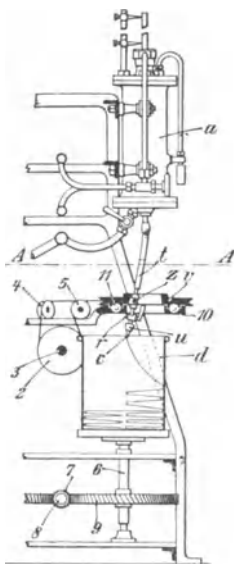


Fig. 51.

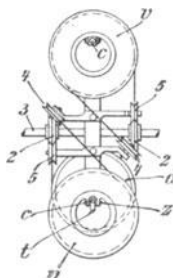


Fig. 52.

und erhält ihre drehende Bewegung durch die Schnurscheibe *v*. Diese ist zu diesem Zwecke mit einer zentralen Bohrung versehen und bewegt sich unter Vermittlung eines aus den Kugeln *11* gebildeten Lagers um eine feste Scheibe *10*. In dieser Bohrung ist, und zwar an der Wand, die Düse *c* befestigt. Sie oder das mit ihr in Verbindung stehende biegsame

Rohr *t* wird dort durch die Führung *z* gehalten, so daß, sobald die Scheibe *v* in Bewegung gesetzt wird, mit dieser auch die Düse *c* sich dreht. Während der Kreisbewegung der Düse wird das biegsame Rohr *t* durch seiner eigenen Widerstand an einer Umdrehung um seine eigene Achse verhindert. Die Scheibe *v* wird durch eine endlose, über eine um eine Achse *3* drehbare

Schnurscheibe *2* und über die Zwischenscheiben *4* und *5* geführte Schnur in Bewegung gesetzt. Kraft wird in die ganze Einrichtung durch die Achse *8* gesandt, welche von einer beliebigen Maschine mit Hilfe eines Riemens od. dgl. angetrieben wird. Es ist zu ersehen, daß der aus der Düse austretende Faden eine zylindrische Bahn beschreibt, welche mit der Achse des Behälters *a* konzentrisch ist. Unterhalb der Düse ist der Behälter *d* angeordnet. Er ruht auf einer Platte, die von einer senkrechten Achse *6* getragen wird. Mit Hilfe einer auf der Achse *8* aufgekeilten Schraube ohne Ende *7*, welche mit dem auf der Achse *6* angeordneten Schneckenrade *9* in Eingriff steht, wird die Achse *6* und somit auch der Behälter *d* in Umdrehung versetzt. Er ist mit einer Flüssigkeit gefüllt, welche je nach der Natur des Fadens zusammengesetzt ist und dazu dient, den von der Düse *c* in den Behälter *d* fallenden Faden sofort zum Erstarren zu bringen.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide, bei der der aus einer in Drehung versetzten Spinndüse austretende Faden unmittelbar nach dem Verlassen der Düse in einem ebenfalls in Drehung versetzten, mit einer das Erstarren des Fadens herbeiführenden Flüssigkeit gefüllten Behälter aufgefangen wird, dadurch

gekennzeichnet, daß die mit dem Druckbehälter mit Hilfe einer biegsamen Leitung (*t*) in Verbindung stehende Spinndüse (*c*) in der Bohrung einer drehbar gelagerten Schnurscheibe angeordnet und an der Wandung der Bohrung derart befestigt ist, daß sie die Umdrehung der Seilscheibe mitmachen und hierbei einen Kreis beschreiben muß.

Nach Krafft.

87. V. Krafft, Paris. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden, z. B. Seidefäden.

D.R.P. 186 277 Kl. 29a vom 1. III. 1906 (gelöscht); franz. P. 363 922; österr. P. 27 037 (Ungarische Chardonnet-Seidenfabriks-Akt.-Ges. Sárvár).

Es sind Vorrichtungen zur Herstellung von künstlichen Fäden bekannt, bei denen der aus der Spinnvorrichtung oder der Spritzdüse austretende Faden auf einen Haspel aufgewickelt wird. Demgegenüber bedient sich die den Gegenstand vorliegender Erfindung bildende Vorrichtung des Haspels nur als eines Zwischenorganes, das dem Faden eine gewisse Trocknung geben soll, während die eigentliche Aufwicklung auf einer Spule geschieht. Der aus der Spinnvorrichtung oder der Spritzdüse austretende Faden wird danach in einem Arbeitsgange über einen Haspel hinweg, um den er mehrfach geführt ist, auf eine Spule gewickelt, die eine größere Umfangsgeschwindigkeit als der Haspel besitzt, wodurch der vorge-trocknete künstliche Faden verstreckt wird und so die erwünschten Eigenschaften erhält. Die Vorrichtung ist beispielsweise in Fig. 53 im Aufriß in teilweisem Schnitt dargestellt. Der aus dem Mundstück *A* austretende Spinnfaden *B* wird um den oben befindlichen Haspel *C*, der einen verhältnismäßig großen Durchmesser besitzt, in mehrfachen Windungen geführt. Eine Stufenscheibe erteilt mittels Schnur *E* dem Haspel *C*, auf dessen Achse eine Schnurscheibe *F* aufgekeilt ist, die gewünschte Drehung. Der Spinnfaden *B* wird hierbei durch einen Kamm *G* geführt und um den Haspel schraubenförmig gewunden, und zwar erhält der Haspel im vorliegenden Falle drei bis zehn Fadenwindungen, so daß jeder Punkt des Fadens stets diese ganze Bahn von drei bis zehn Umgängen durchlaufen muß. Im gleichen Arbeitsgange läuft der Faden danach von dem Haspel ab, wird zu dem hin- und hergehenden Fadenführer *H* geleitet und gelangt dann zu der Spule *J*, die ihn aufwindet. Die Umfangsgeschwindigkeit der Spule *J*

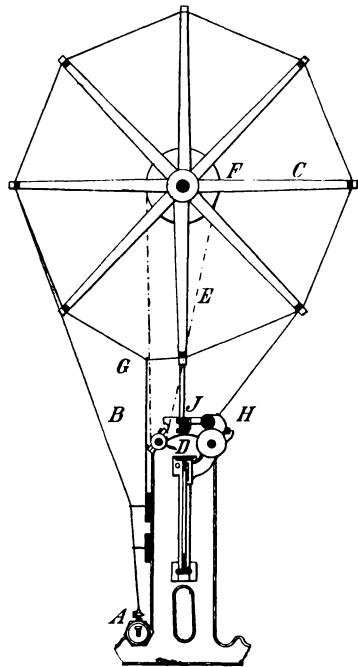


Fig. 53.

ist aber größer als diejenige des Haspels, so daß ein Verstrecken des Spinnfadens bewirkt wird. Da hier die Spritzdüse einen größeren Durchmesser besitzen kann, als wenn der Faden ohne Verstreckung aus mehreren Fasern vereinigt wird, so braucht das verwendete Kollodium nicht die gleiche vortreffliche Beschaffenheit zu besitzen, die bisher erforderlich war, und es braucht die Kollodiumlösung nicht so sorgfältig, wie bisher üblich, hergestellt zu sein. Es kann daher jede Art von wasserfreier und hydrierter Schießbaumwolle benutzt werden.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden, z. B. Seidefäden, dadurch gekennzeichnet, daß der aus der Spinnvorrichtung oder der Spritzdüse austretende Faden in einem Arbeitsgange zunächst in ein- oder mehrfachen Umgängen um einen Haspel geführt und von dem Haspel auf eine Spule aufgewickelt wird, die eine größere Umfangsgeschwindigkeit besitzt als der Haspel.

Nach Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils.

88. Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils, Lyon, Frankr. Aufwickelvorrichtung für künstliche Seide.

D.R.P. 173 012 Kl. 29a vom 30. IV. 1905 (gelöscht).

Die Erfindung dient zum Aufwickeln des im Fällungsbade gebildeten künstlichen Seidenfadens und hat den Zweck, die während des Auswechslens der Spulen für künstliche Seide u. dgl. auftretenden Zeit- und Materialverluste zu beseitigen, welche dadurch entstehen, daß das Fadenmaterial ununterbrochen zugeführt wird, während das Auswechslern der Spulen eine gewisse Zeit in Anspruch nimmt. Auch macht das Befestigen des Fadenendes an die leere Spule dabei einige Schwierigkeiten.

Gemäß der Erfindung ruhen die Spulen in besonderen, um eine gemeinschaftliche Achse drehbaren Lagern in der Weise, daß man nur nötig hat, sobald eine Spule voll bewickelt ist, diese mit dem Lager zu drehen, um den Antrieb dieser Spule zu unterbrechen und eine neue leere Spule in Betrieb zu setzen, wobei sich das neue Fadenende auf eine zu diesem Zweck an dem leeren Spulenkörper vorgesehene Kollodium- oder Zelluloidschicht festlegt. Das Auswechslern der Spulen geht demnach ohne irgendwelchen Zeit- und Materialverlust vonstatten. Fig. 54 zeigt einen Schnitt durch die Vorrichtung senkrecht zu den Spulenachsen, während Fig. 55 einen Schnitt nach Linie A—A der Fig. 54 veranschaulicht. Mehrere derartige Vorrichtungen sind auf der Welle *a* angeordnet. Jede von ihnen besteht aus einer sich gemeinsam mit der Welle drehenden Trommel *g* und zwei feststehenden mit dem Gestell *k* verbundenen Scheiben *c*, die konzentrisch zur Trommel liegen. Außerdem gehören noch zu jeder Vorrichtung zwei durch Bolzen *e* miteinander verbundene Ringe *d*, welche den gleichen Durchmesser wie die Scheiben *c* aufweisen und sich gemeinsam von Hand drehen lassen. Die Spulen *b*¹, *b*², *b*³ sind in bekannter Weise haspelartig gebaut, sie besitzen

je zwei kreisförmige Flanschen und in der Nähe der Flanschenränder Stifte, auf welche eine Schicht aus Kollodium, Zelluloid od. dgl. aufgebracht ist. Diese Schicht hat den Zweck, den von der Spinnmaschine kommenden Faden, welcher mit einem Lösungsmittel für Schießbaumwolle imprägniert ist, ohne weiteres haften und sich darauf selbsttätig festlegen zu lassen. Die von Hand drehbaren Ringe d besitzen Einschnitte h , in denen die Spulennachsen o ruhen. Diese greifen außerdem in kreisförmige Nuten j der feststehenden Scheiben c ein. Diese Nuten j liegen konzentrisch zur Achse a mit Ausnahme einer Stelle, welche sich unmittelbar senkrecht über der Trommel g befindet. An dieser Stelle senkt sich die Nut etwas nach dem Mittelpunkt der Scheibe, so daß diejenige Spule, welche sich gerade senkrecht über der Achse a befindet, auf die Trommeloberfläche niedersinkt und von der Trommel g angetrieben wird, während die rechts und links davon liegenden Spulen b^1 und b^3 entfernt von der Trommeloberfläche gehalten werden. Die Lagernuten sind an mehreren Stellen l offen, um das Einführen und Herausnehmen der Spulen zu ermöglichen.

Die Wirkungsweise ist folgende: Die Trommel g , welche sich in Richtung des Pfeiles (Fig. 54) dreht, nimmt bei dieser Drehung die Spule b^2 mit, während die anderen Spulen b^1 , b^3 ruhen. Der aus der Fallflüssigkeit kommende Faden f wird in bekannter Weise durch einen hin- und hergehenden Fadenführer r auf die sich drehende Spule b^2 aufgewickelt. Sobald nun die Spule voll ist, dreht man die Ringe d mit der Hand in Richtung des Fadenauflaufes, so daß die Spule b^2 an die Stelle hingeführt wird, an der sich vorher die Spule b^3 befand, während die Spule b^1 zu der Stelle hingeführt wird, an der sich vorher die Spule b^2 drehte. Der Antrieb der Spule b^2 wird hierdurch sogleich unterbrochen, während nunmehr die Spule b^1 von der Trommel g angetrieben wird. Der Faden f legt sich dabei gegen die Kollodiumschicht i dieser Spule und haftet ohne weiteres daran fest, so daß der Antrieb der neuen Spule b^1 ohne Zeit- und Materialverlust erfolgt. Nach jeder Auswechslung kann man ohne weiteres die volle Spule entfernen und rechts von der angetriebenen Spule eine neue einführen.

Patentansprüche: 1. Aufwickelvorrichtung für künstliche Seide, dadurch gekennzeichnet, daß eine Anzahl Spulen um eine Antriebstrommel (g) revolverartig derartig gelagert ist, daß nur immer eine der Spulen durch die Trommel mitgenommen wird, während die übrigen Spulen mit ihr außer Berührung stehen, und nach Füllung einer Spule durch Drehen der Lagerkörper (d) eine neue Spule in die Arbeitslage, die vorher angetriebene Spule hingegen sofort zum Stillstand gebracht wird.

Fig. 54.

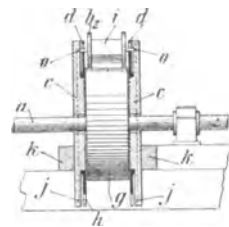
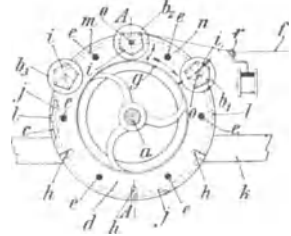


Fig. 55.

2. Aufwickelvorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen revolverartig in Ringen gelagert sind, die sich von Hand um feststehende Scheibenflanschen drehen lassen, und die verlängerten Zapfen der Spulen in besonderen Nuten der feststehenden Scheiben geführt sind.

3. Eine Ausführungsform der unter 1 geschützten Vorrichtung, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulenkörper mit einer Schicht aus Kollodium, Zelluloid od. dgl. belegt sind, um beim Auswechseln der Spulen sofort ein Festhaften des künstlichen Seidenfadens od. dgl. an dem Spulenkörper zu bewirken.

Nach Sauverzac.

89. **J.-M. de Sauverzac.** Einrichtung zum Zwirnen von Kunstseidefäden beim Spinnen mit Regelungsvorrichtung für das Ausziehen.

Franz. P. 415 060.

Die aus der Spinndüse, die auch rotieren kann, kommenden Kollodiumfäden *A* (Fig. 56) werden über den im Sinne des Pfeils sich um seine Achse drehenden Zylinder *B* geführt, der durch die Schnurscheibe *G* angetrieben wird. *B* führt außerdem in seiner Längsrichtung eine kreisförmige Bewegung aus, die ihm durch die Scheiben *D* und die Schnurscheiben *F* erteilt wird. Alle diese Bewegungen bewirken, daß der Faden gleichmäßig abgezogen wird und sich beim Aufhängen auf einem Träger oder

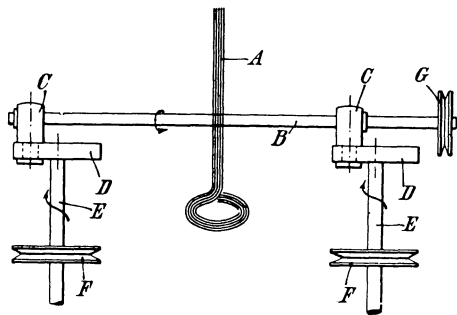


Fig. 56.

in einem Spinntopf in mehr oder weniger großen Spiralen ablagert. (2 Zeichnungen.)

Nach Loewe.

90. **B. Loewe, Paris.** Verfahren und Vorrichtung zum Spinnen von künstlicher Seide, bei welchen der Faden in die Luft austritt.

D.R.P. 234 927 Kl. 29a vom 10. X. 1908 (gelöscht); franz. P. 403 242; schweiz. P. 45 288; brit. P. 18 086¹⁹⁰⁹.

Das Verfahren besteht hauptsächlich darin, daß der aus der Spinndüse austretende Faden eine derartig große Strecke zwischen der Austrittsöffnung des Mundstücks und der Aufwickelspule, auf welche der Faden im Hin- und Hergang geführt wird, in freier Luft freihängend durchläuft, daß er ohne jede weitere Vorrichtung und ohne Zwischenbehandlung von selbst an der Luft erstarrt, wobei er eine leichte Drillierung erfährt, etwa wie sie ein aus einer feinen Öffnung eines zylindri-

schen Gefäßes unter Druck austretender Wasserstrahl erhält. Erst nach einigem Verweilen auf der bewickelten Spule wird der Faden abgehaspelt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Spinnen von künstlicher Seide und zum Überziehen von natürlicher Seide und Textilfasern überhaupt, bei welchem der Faden in die Luft austritt, dadurch gekennzeichnet, daß der aus der Spinndüse allein oder mit einem anderen Faden austretende Faden eine derartig große Strecke zwischen Mundstück und dem hin- und hergehenden Fadenführer der Aufwickelspule freihängend durchläuft, daß der künstliche Seidenfaden ohne jede weitere Vorrichtung und ohne Zwischenbehandlung in der Luft erstarrt und eine leichte Drillierung erfährt.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Verteilungsrohr einerseits eine Anzahl von in bekannter Weise abnehmbaren und mit auswechselbaren Mundstücken versehenen Spinndüsen trägt und andererseits mit einem Behälter für den Rohstoff verbunden ist.

4. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Spinnröhrchen vorgesehen ist, das in seinem Mantel eine Öffnung trägt, in die der mit Hahn versehene Stutzen des Verteilungsrohres mündet, und das oben mit einem auswechselbaren Deckel versehen ist. (6 Zeichnungen.)

Der Gegenstand des

91. Zusatzpatentes 252 059 Kl. 29a vom 28. IV. 1911 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 1 151 487; franz. Zus.P. 13 253; brit. P. 19 450¹⁹¹¹

desselben Erfinders ergibt sich mit ausreichender Deutlichkeit aus den

Patentansprüchen: 1. Verfahren zum Spinnen von künstlicher Seide und zum Überziehen von natürlicher Seide und Textilfasern überhaupt, bei welchem der Faden in die Luft austritt, nach Patent 234 927, dadurch gekennzeichnet, daß ein aus dem Spinnröhrchen an die Luft heraustretender überzogener (brillanter) Textilfaden einen sich um ihn herumrollenden Kunstseidefaden mitreißt und ein zweiter und mehrere andere gleichzeitig aus anderen Spinnröhrchen austretende Kunstseidefäden um den Textilfaden herumgerollt werden, welche an diesem derart anhaften, daß sie durch geeignete Bäder von ihm getrennt werden können.

2. Spinnröhrchen zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zum Spinnen Spinnröhrchen mit mehreren Löchern verwendet werden, von denen eines zum Austritt des überzogenen (brillantierten) Textilfadens und eines von diesem mitgerissenen Kunstseidefadens dient, während die anderen zum Austritt von Kunstseidefäden dienen.

3. Spinnröhrchen nach Anspruch 2, gekennzeichnet durch eine Hauptaustrittsöffnung für den überzogenen (brillantierten) Textilfaden und zwei oder mehrere um diese Öffnung angeordnete Nebenöffnungen.

(4 Zeichnungen.)

Nach dem

92. franz. Zus.P. 13 215

geht der Faden nicht erst auf eine Spule und dann durch ein Bad, sondern er geht direkt, nachdem er einen langen Weg durch die Luft zurückgelegt hat, über den Fadenführer zu dem Haspel. Die Spinn­düsen sind zu mehreren an einem gemeinsamen Zuführungsrohr angebracht, und durch Schließen eines Hahnes kann eine Mehrzahl von Spinn­düsen stillgesetzt werden. Oberhalb jeder Spinn­düse ist ein abgeschlossener Luftraum vorgesehen, der als Luftpolster Druck­verschiedenheiten in der zugeführten Spinnlösung ausgleicht und ein gleich­mäßiges Spinnen bewirkt. (5 Zeichnungen.)

93. B. Loewe, Paris. Verbessertes Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und Apparat dazu.

Brit. P. 18 087¹⁹⁰⁹; franz. P. 403 243; schweiz. P. 45 289; D.R.P. 235 602 Kl. 29a vom 10. X. 1908 (gelöscht).

Nitrozelluloselösungen werden aus feinen Öffnungen ausgepreßt und der gebildete Faden wird in einem Gefäß aufgesammelt, das in der Mitte des Bodens ein Loch hat. Der Faden lagert sich in diesem Gefäß in regelmäßigen Windungen ab und wird hierbei, ohne einer Spannung ausgesetzt zu sein, trocken und fest. Hat sich in dem Gefäß eine gewisse Fadenmenge abgelagert, z. B. so viel, um einen Strang zu bilden, so wird die Zuführung weiterer Spinnflüssigkeit unterbrochen und der Faden durch das Loch im Boden des Sammelgefäßes abgezogen und auf eine Spule gewickelt. Die Spule wird dann an einer anderen Stelle der Spinnmaschine so gelagert, daß sie sich frei drehen kann, und der Faden wird von ihr abgezogen, durch ein Wasserbad geführt, welches den in dem Faden enthaltenen Alkohol aufnimmt, und auf einen Haspel aufgewunden.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide und zum Überziehen von natürlicher Seide und Textilfasern überhaupt, bei welcher der Faden frei in die Luft austritt, nach Patent 234 927, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Fadenbildungs- und Aufwickel­stelle eine Aufspeicherungsstelle angeordnet ist, die zweckmäßig aus einem offenen Gefäß besteht, dessen Boden mit einer Öffnung für den Eintritt des Fadens versehen ist, in welches der aus den Preßröhrchen austretende Faden eintritt und sich selbsttätig aufwickelt. (2 Zeichnungen.)

94. B. Loewe, Paris. Verfahren zum Spinnen von künstlicher Seide und zum Überziehen von natürlicher Seide und Textilfasern überhaupt, bei welchem der Faden in die Luft austritt.

D.R.P. 238 160 Kl. 29a vom 21. I. 1909, Zusatz zum D.R.P. 235 602 (gelöscht).

Das Hauptpatent¹⁾ schützt eine Vorrichtung, bei welcher der Faden in die Luft austritt, und welche dadurch gekennzeichnet ist, daß zwischen Fadenbildungs- und Aufwickelungsstelle eine Aufspeicherungsstelle angeordnet ist, die zweckmäßig aus einem offenen Gefäß besteht, dessen

¹⁾ S. vorstehend.

Boden mit einer Öffnung für den Eintritt des Fadens versehen ist, in welches der aus dem Preßröhrchen austretende Faden eintritt und sich selbsttätig aufwindet. Im Hauptpatent ist angegeben, daß die Arbeitsweise in dieser Vorrichtung unterbrochen erfolgt, indem, sobald eine gewisse Fadenmenge in das Aufspeicherungsgefäß aufgenommen worden ist, der Hahn des Preßröhrchens geschlossen wird. Es hat sich nun gezeigt, daß das Verfahren auch ununterbrochen vor sich gehen kann, ohne die Güte der hergestellten Fäden zu beeinträchtigen. Das Verfahren geht dann in folgender Weise vor sich: Man läßt den Faden in das Aufspeicherungsgefäß einlaufen, bis eine gewisse Menge von Fadenspiralen sich in ihm angesammelt hat. Dann zieht man das untere Ende des Fadens durch die Öffnung, ohne dabei den Hahn des Preßröhrchens zu schließen. Die austretenden Fadenspiralen werden dann ständig durch neu nachfolgende ersetzt.

Patentanspruch: Verfahren zum Spinnen von künstlicher Seide und zum Überziehen von natürlicher Seide und Textilfasern überhaupt, bei welchem der Faden in die Luft austritt, Zusatz zum Patent 235 602, dadurch gekennzeichnet, daß die Arbeit ununterbrochen vor sich geht, indem man den Faden in die Aufspeicherungsstelle einlaufen läßt, bis eine gewisse Menge von Spiralen sich in ihr angesammelt hat, und dann das untere Ende des Fadens durch die Öffnung des Gefäßes hindurchzieht, ohne dabei den Hahn des Preßröhrchens zu schließen.

95. B. Loewe, Zürich. Spinnen künstlicher Seide.

Brit. P. 213 908 vom 31. III. 1924 (Prior. vom 3. IV. 1923).

Ein Naturseidefaden, der aus einem oder mehreren Kokonfäden besteht, wird gezwirnt, getrocknet und mit einer Zelluloselösung (Nitrozellulose, Zelluloseacetat, Viskose od. dgl.) überzogen. Er geht dann über Führungsrollen zu einer Aufwickelvorrichtung. Der Behälter für die Zelluloselösung hat die Gestalt eines Doppelkegels mit exzentrisch angeordnetem Fadenführeröffnungen und wird besonders angetrieben. (Zeichnungen.)

Eine besondere Ausgestaltung des Fadenführers, die den Faden glättet und gleichmäßiger macht, beschreibt der Erfinder im Brit. P. 239 255 vom 2. V. 1924.

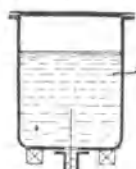
Nach Cahen.

96. G. Cahen. Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide ohne Druck an freier Luft.

Franz. P. 434 869.

Die zu verspinnende Flüssigkeit befindet sich in dem Behälter *A* (Fig. 57), von wo sie durch das Rohr *B* dem wagerechten Rohr *C* zufließt. *C* hat an seinem unteren Teil eine Anzahl Öffnungen, in denen Röhren *D* stecken, die sich um ihre Achse drehen lassen und durch die Filzdichtungen *E* gegen *C* abgedichtet sind. Die Röhren *D* münden in größere Röhren *F* und diese in Röhren *G*. Dichtungen *H* und *I* sorgen für den nötigen Abschluß. Die Röhren *G* sind unten durch Stopfen *J* abgeschlossen, welche die Spinnndüsen *K* tragen. Die Zahl dieser Spinn

düsen richtet sich nach der Zahl der Einzelfäden, die man erzeugen will. Die Röhren *F* sind von Fassungen *L* umgeben, um die sich Zahnräder *M* legen, welche ihre Bewegung von einer Schraube ohne Ende *N* erhalten. Dadurch drehen sich die Röhren *D*, *F*, *G* gleichmäßig um ihre Achse.



Natürlich könnte auch jede Fassung *L* für sich angetrieben werden. Die Platte *O* trägt das ganze System. Die aus den Spinndüsen austretenden Fäden erstarren sofort, vereinigen sich in einer bestimmten Entfernung von den Düsen und werden je nach der Drehung der Röhren *D*, *F*, *G* mehr oder weniger stark gezwirnt.

Nach der Denitrierung sind die Fäden gebrauchsfertig.

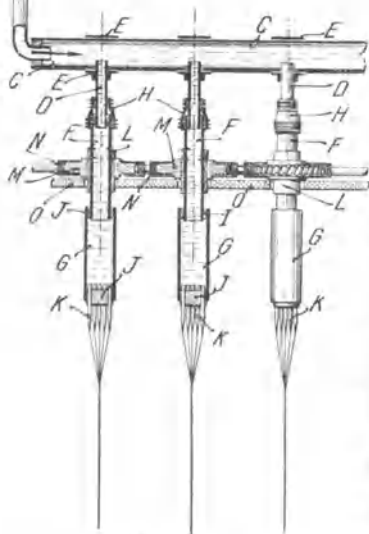


Fig. 57.

Düsen versehene Ansatz, also das betreffende ganze Arbeitsglied, außer Betrieb gesetzt werden muß, womit alsdann gleichzeitig die mehreren auf dem Tragstück vorgesehenen Düsenöffnungen oder Düsen ausgeschaltet werden. Bei der Erfindung wird erreicht, daß bei einer Verstopfung irgendeiner Spinndüse oder bei Bruch irgendeines Fadens eben nur die eine Spinndüse ausgewechselt zu werden braucht, während alle übrigen, also auch die unmittelbar benachbarten, weiter zu arbeiten vermögen. Das wird dadurch erzielt, daß an den aufeinander folgenden Hähnen des Hilfsverteilers die größere und die kleinere Anzahl von Spinndüsen in stetiger Abwechslung versetzt angeordnet und jede Spinndüse für sich auswechselbar eingerichtet ist, wobei diejenigen Tragstücke, welche mehrere Düsen aufweisen, um eine senkrechte Achse drehbar sind. Auf dem Rohr *I* (Fig. 58), welches das Kollodium den verschiedenen Spinndüsen zuführt, sind abwechselnd die Hähne *2* und *3* angeordnet, wobei die Hähne *2* nur eine einzige

Nach Denis.

97. M. Denis, Mons, Belg. Hilfsverteiler oder Düsenträger für Maschinen zum Spinnen künstlicher Seide aus Kollodium.

D.R.P. 254 801 Kl. 29a vom 23. II. 1912 (gelöscht); belg. P. 252514; franz. P. 452900.

Hilfsverteiler oder Düsenträger für Maschinen zum Spinnen künstlicher Seide, bei denen die Hähne eine größere oder kleinere Anzahl in verschiedener Höhe liegender Spinndüsen tragen, sind bekannt. Indessen haben die bekannten Einrichtungen den Nachteil, daß bei Verstopfung oder Unbrauchbarwerden auch nur einer Düsenöffnung der mit den mehreren

Spinndüse aufweisen, während die Hähne 3 zwei Spinndüsen tragen. Jeder Hahn 2 trägt also in bekannter Weise nur eine einzige Spinndüse 4, während jeder der mit 3 bezeichneten Hähne eine Überwurfmutter 9 trägt, in welcher das T-förmige Rohrstück 10 um eine senkrechte Achse drehbar ist. Das T-förmige Rohrstück 10 weist hierbei zwei mit Schraubengewinde versehene Stutzen 11 und 12 auf, welche die Überwurfmutter 7 und 8 für die Spinndüsen 5 und 6 aufnehmen. Die Spinndüsen 5 und 6 befinden sich hierbei vorteilhaft oberhalb der Spinndüsen 4, derart, daß die Drehung des Teiles 10 um seine senkrechte Achse die aus den benachbarten Spinndüsen 4 hervortretenden Fäden ebensowenig beeinflußt wie die Bewegung der Schraubmutter 7 und 8 oder derjenigen Fäden, welche aus den Spinndüsen 5 und 6 hervortreten. So kann die Arbeiterin mit der Hand oder aber mit Schraubenschlüssel und anderen Werkzeugen ohne weiteres zu allen Teilen der Spinnvorrichtung und der Einzelheiten heranlangen, ohne daß bei einer Arbeit an der einen Spinndüse die Tätigkeit der anderen Spinndüsen beeinflußt würde.

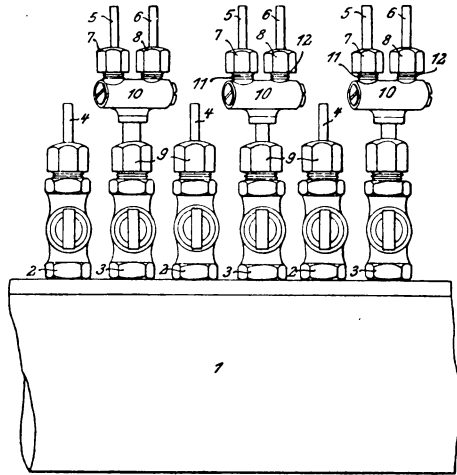


Fig. 58.

Patentanspruch: Hilfsverteiler oder Düsenträger für Maschinen zum Spinnen künstlicher Seide aus Kollodium, dessen Hähne eine größere oder kleinere Anzahl in verschiedener Höhe liegender Spinndüsen tragen, dadurch gekennzeichnet, daß an den aufeinanderfolgenden Hähnen des Hilfsverteilers die größere und die kleinere Anzahl von Spinndüsen in stetiger Abwechslung versetzt angeordnet ist und jede Düse für sich auswechselbar ist, wobei diejenigen Tragstücke, welche mehrere Düsen aufweisen, um eine senkrechte Achse drehbar sind.

98. M. Denis, Mons, Belgien. Maschine zum Spinnen künstlicher Seide im luftleeren oder luftverdünnten Raum.

D.R.P. 277 154 Kl.29a vom 28.V.1913 (gelöscht); franz. P. 473 481; belg.P. 256 877.

Die Erfindung löst die Aufgabe, das Spinnen künstlicher Seide im luftleeren oder luftverdünnten Raum vorzunehmen. Sie besteht im wesentlichen darin, daß die Spinndüsen, Fadenführungen und Aufspulvorrichtungen bei senkrechter Anordnung in abnehmbaren Glocken oder Rezipienten untergebracht sind und der Spulenwechsel sowie die Überführung des Fadens von einer vollbewickelten auf eine leere Spule durch eine Verschiebung der zur Aufnahme der Spulen dienenden Spindeln selbst bewirkt wird, ohne den Spinnvorgang zu unterbrechen.

Hierbei sollen die Spulen von Hülsen gebildet werden, die mit einem Längsschlitz versehen sind, dessen Breite dem Durchmesser der vorerwähnten, in senkrechter Richtung verschiebbaren Spindel entspricht, so daß die Spulen seitlich über die senkrechte Spindel aufgeschoben werden können, welche mit einem Spulenträger versehen ist, der die Hülsen durch Federn oder ähnliche Mittel trägt. Das Auswechseln der vollbewickelten gegen eine leere Spule erfolgt dadurch, daß die Spindel eine Verschiebung nach unten erfährt, bei der der Spindelschaft die zuvor von Hand seitlich über die Spindel geschobene und auf eine lose gehaltene Platte aufgesteckte leere Spule ergreift, um diese beim Wiedemporheben der Spindel zusammen mit der vollen Spule anzuheben und damit in den Bereich des Fadenführers zu bringen. Die vollbewickelte Spule verbleibt also, nachdem der Faden auf die in vorstehend dargelegter Weise angehobene leere Spindel übergeleitet ist, noch weiter auf der Spindel und nimmt auch noch weiterhin an der Drehung dieser Spindel in der Luftleere und bei geeigneter Temperatur teil, wodurch die Verdampfung des Trägers oder Lösungsmittels vervollständigt wird. Dadurch wird weiter die Möglichkeit geboten, das Lösungsmittel ohne irgendwelche Verluste wiederzugewinnen.

Fig. 59 zeigt eine Draufsicht auf die zur Aufnahme des Rezipienten oder der Glocke dienende Plattform, während Fig. 60, 61, 62 und 63 senkrechte, rechtwinklig zueinander genommene Schnitte durch die Maschine veranschaulichen. Fig. 64 endlich stellt eine Einzelheit in Ansicht und im Grundriß dar. *1* ist eine senkrecht angeordnete, sowohl drehbare als auch in senkrechter Richtung verschiebbare Spindel, die eine Spindelhülse *2* trägt, die ihrerseits mit geeigneten Federn *3* ausgerüstet ist, um die Spulen *4* und *5* aufzunehmen, welche erfindungsgemäß mit einem Längsschlitz *10* (Fig. 64) versehen sind, dessen Weite mindestens dem Durchmesser der Spindel *1* entspricht, so daß die Spulen seitlich über die Spindel geschoben und auf eine lose Halteplatte *18* aufgestellt werden können. Die Platte *18* ist auf ein Gestell *19* gestützt, das zweckmäßig an der Buchse *20* vorgesehen sein kann, durch welche die Spindel *1* unter Benutzung einer geeigneten Abdichtung hindurchgeführt ist. Diese Buchse *20* ist mit ihrem unteren Teil, unter vollständiger Abdichtung, auf einer abgedrehten und vollständig abgerichteten metallischen Plattform *32* (s. Fig. 59, 62 und 63) befestigt, die außer von der Spindel *1* auch noch von einem Stutzen *34* durchdrungen wird. Der ebenfalls vollständig gegen die Plattform *32* abgedichtete, unterhalb davon mit dem Zuführungsrohr *35* für die Zellulose oder Nitrozellulose in Verbindung stehende Stutzen *34* trägt oberhalb der Plattform ein gekrümmtes Rohr *33* (s. Fig. 59, 62 und 63), auf dem bei *50* die einfachen oder doppelten Spinndüsen in senkrechter Anordnung vorgesehen sind. Oberhalb der Spinndüsen, die in beliebiger Anzahl vorgesehen sein können, befindet sich die Fadenführung *13*, die behufs Umlauf warmen Wassers oder warmer Luft oder einer sonstigen Wärmequelle hohl ausgeführt sein kann, und ferner die feste Führung *12*, wobei alle diese Teile, also Spinndüsen, Fadenführungen und Aufspulvorrichtungen, bei senkrechter Anordnung in abnehmbaren Glocken oder Rezipienten *11*

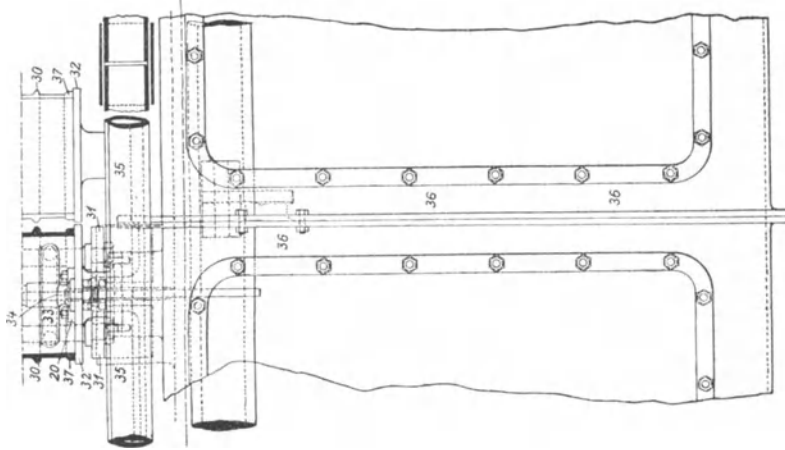


Fig. 63.

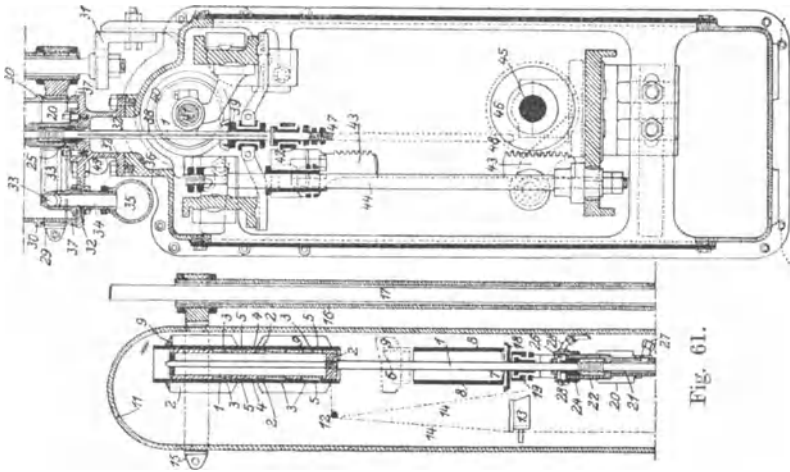


Fig. 62.

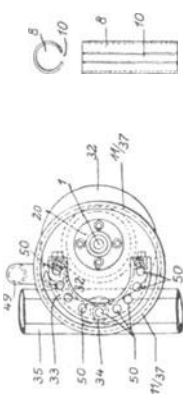


Fig. 64.

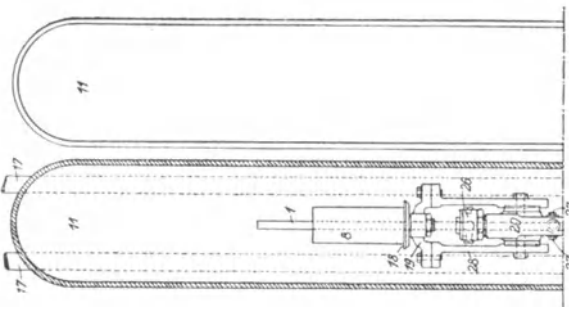


Fig. 50.

Fig. 60.

untergebracht sind. Die Glocken können entweder gläserne Fenster aufweisen und alsdann aus Metall bestehen, oder vollständig aus Glas sein, wobei die Aufsatzfläche 37 abgeschliffen ist, so daß entweder unmittelbar oder aber unter Zuhilfenahme einer geeigneten Zwischenlage ein absoluter Anschluß der Glocken an die Plattformen 32 erzielt, also die Bedingung für die Erzeugung einer Luftverdünnung oder Luftleere unterhalb der Glocken 11 erfüllt wird. Der Anschluß der Luftpumpe od. dgl. behufs Erzeugung und Aufrechterhaltung der Luftleere innerhalb der Glocken 11 erfolgt bei 49 (s. Fig. 59 und 62). Jede der Glocken ist von Schellen 15 und 29 umgeben, die ihrerseits durch Rohre 16 miteinander verbunden sind, wobei die Rohre 16 zur Führung der Glocke 11 an senkrechten Stangen 17 dienen. Wie bereits erwähnt wurde, soll die Spindel 1 mit ihrem Spindelschaft 2 sowohl eine drehende Bewegung als auch eine Verschiebung in senkrechter Richtung erfahren. Zu diesem Zweck ist der unterhalb der Abdichtung 22, 25 befindliche Teil der Spindel 1 mit einer langen Keilnut 38 versehen, in die die Feder oder der Keil eines Kegelrades 39 eingreift, das mit einem auf der Welle 41 aufgekeilten Kegelrad 40 in Eingriff steht. Ein Führungsstück 42, das auf den Führungsstangen 44 zu gleiten vermag, ist mit Zahnstangen 43 verbunden, in die ein auf der Welle 45 aufgekeiltes Zahnrad 46 eingreift. Durch geeignete Umkehrungsmittel besorgt nun die vorstehend beschriebene Vorrichtung die zur Bildung der Spule 9 erforderliche Auf- und Abbewegung der Spindel 1 und des Spindelschaftes 2, wobei diese Spindel 1 mit dem Spindelschaft 2 aber über die Kegelräder 40 und 39 in ständiger Umdrehung gehalten wird. Überdies kann die Spindel 1 mit ihrem Spindelschaft 2 aber noch periodisch, und zwar von Hand oder durch eine mechanische Vorrichtung eine über das Maß des üblichen, zum Bewickeln der Spule dienenden senkrechten Hin- und Herganges hinausgehende Verschiebung erfahren, wobei diese weitergehende Verschiebung den Zweck hat, in der im folgenden zu beschreibenden Weise jeweils eine leere Spule an Stelle der vollbewickelten zu bringen.

Beim Beginn der Arbeit der Maschine befindet sich auf dem unteren Teil des Spindelschaftes 2 die durch die Federn 3 gehaltene, mit dem Schlitz 10 versehene Hülse 5 in der aus Fig. 61 ersichtlichen Arbeitsstellung, wobei also das untere Ende dieser Hülse gegenüber der festen Führung 12 zu liegen kommt, während auf die lose gehaltene Platte 18 eine zweite Hülse 8 aufgebracht ist, die sich somit in Bereitschaftsstellung befindet. In weiter oben beschriebener Weise wird nun die Spindel 1 mit dem Spindelschaft 2 behufs Bildung der Spule 9 ständig in Drehung versetzt und überdies ständig auf und ab bewegt, und zwar um die Entfernung, die zwischen der in Fig. 61 mit vollen Linien ausgezogenen und der bei 6 punktiert veranschaulichten Stellung liegt. Die in der Arbeitsstellung befindliche Spule 9 wird also bewickelt, wozu eine gewisse Zeit, z. B. eine Stunde, erforderlich ist. Um nun an Stelle der vollbewickelten eine leere Spule zu bringen, wird die Spindel 1 mit ihrem Spindelschaft 2 entweder von Hand oder aber auf mechanischem Wege über das Maß des zum Bewickeln erforderlichen Hin- und Herganges hinaus nach unten verschoben, wobei sich zunächst die voll-

bewickelte Hülse auf den oberen Rand der auf der Platte 18 befindlichen, noch leeren Hülse aufsetzt, um bei weiterem Niedergehen der Spindel 1 auf den oberen Teil des Spindelschaftes 2 verschoben zu werden, während der untere Teil des Spindelschaftes 2 nunmehr die leere, auf der Platte 18 stehende Hülse 8 erfaßt. Bei dem Wiederemporgehen der Spindel 1 wird dann die leere Hülse 8 mit der vollen Spule 9 angehoben, derart, daß sich nunmehr die leere Hülse 8 in Arbeitsstellung, d. h. gegenüber der festen Führung 12 befindet, während die volle Spule 9 den oberen Teil des Spindelschaftes 2 einnimmt und noch weiterhin in der Luftleere in Umdrehung versetzt wird, so lange, bis auch die soeben mitgenommene leere Hülse 8 voll bewickelt ist. Der Faden ist hierbei ohne weitere Mittel von der vollbewickelten Spule auf die noch leere geschlitzte Hülse herübergeführt worden, so daß also die vollbewickelte Spule mit der zu bewickelnden Hülse 8 noch mit einem Teil des Fadens in Verbindung steht. Nachdem auch die zweite Hülse 8 voll bewickelt ist, wird Luft in den Rezipienten 11 gelassen und dieser schnell emporgehoben, worauf dann die oberste Spule, die sich unter Annahme der vorerwähnten Arbeitszeit zwei Stunden in der Luftleere befunden hatte, unter Durchreißen des Verbindungsfadens zu der zuletzt bewickelten Spule von dem Spindelschaft abgenommen wird. Gleichzeitig hiermit wird eine neue leere Hülse 8 seitlich über die Spindel 1 herüberschoben und auf die Platte 18 aufgestellt, worauf der Rezipient 11 wieder niedergelassen und die Luftleere in ihm wieder hergestellt wird, was bei Verwendung einer genügend großen Luftpumpe in einem einzigen Augenblick stattfinden kann.

Patentansprüche: 1. Maschine zum Spinnen künstlicher Seide im luftleeren oder luftverdünnten Raum, dadurch gekennzeichnet, daß Spinddüsen, Fadenführungen und Aufspulvorrichtungen bei senkrechter Anordnung in abnehmbaren Glocken oder Rezipienten untergebracht sind und der Spulenwechsel und die Überführung des Fadens von einer vollbewickelten Spule auf eine leere Spule durch eine Verschiebung der Spindel bewirkt wird, ohne den Spinnvorgang zu unterbrechen.

2. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen von Hülsen (8) gebildet werden, die zwecks Aufbringung eines dem Durchmesser einer senkrechten Spindel (1) entsprechend breiten Schlitz (10) aufweisen, und daß die Spindel (1) mit einem Spulenträger versehen ist, der die Hülsen durch Federn oder ähnliche Mittel trägt, wobei ein Auswechseln dadurch erfolgt, daß die Spindel eine Verschiebung nach unten erfährt, bei der der Spindelschaft (2) die zuvor von Hand seitlich über die Spindel geschobene und auf eine lose Halteplatte (18) aufgesteckte leere Spule ergreift und sie zudem mit der vollen Spule (9) beim Wiederemporgehen der Spindel anhebt.

3. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die vollbewickelte Spule, nachdem der Faden auf eine leere Spule übergeleitet ist, noch weiter an der Drehung der Spindel (1) teilnimmt und bei geeigneter Temperatur noch weiter in der Luftleere belassen wird, zu dem Zweck, die Verdampfung des Trägers oder Lösungsmittels zu vervollständigen.

Nach Chardonnet.**99. Graf H. de Chardonnet, Paris. Maschine zum Verspinnen von Kollodium.**

D.R.P. 320 908 Kl. 29a vom 27. VII. 1915 (gelöscht), (Prior. Frankreich 1. VIII. 1914); franz. P. 478 405; brit. P. 10 857¹⁹¹⁵; schweiz. P. 74 930.

Die Maschine ist von solcher Anordnung, daß einer gegebenen Menge Kollodium ein bestimmtes Gewicht Seide genau entspricht. Man erhält

Fig. 67.

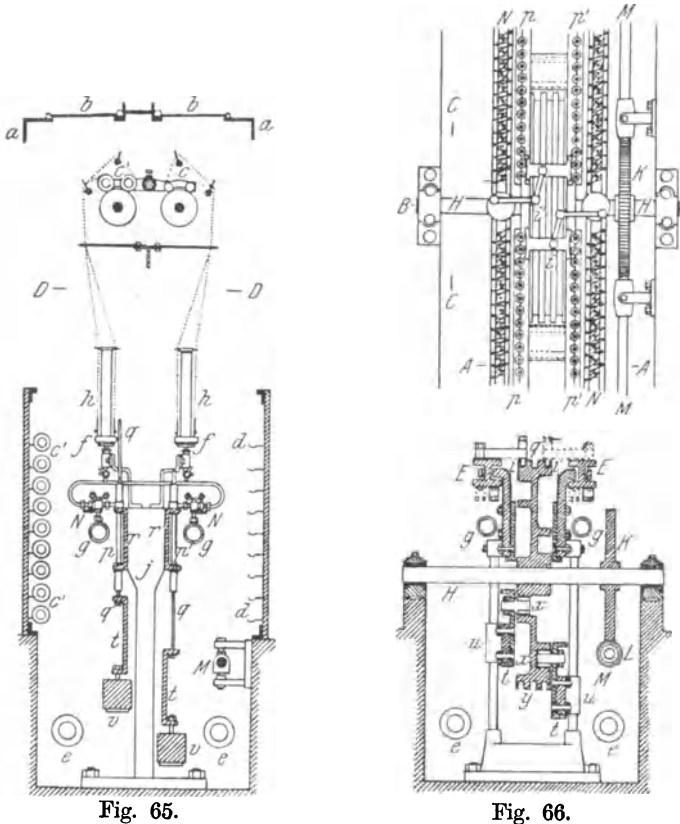


Fig. 65.

Fig. 66.

eine gleichmäßige Stärke, indem eine unveränderliche Beziehung zwischen der Spinnengeschwindigkeit und der Gesamtmenge des Kollodiums aufrechterhalten wird, die der Gesamtheit der Spinndüsen zugeführt wird, deren Spinnfasern oder Fäden auf einer gemeinsamen Spule aufgewickelt werden.

Fig. 65 ist ein Querschnitt der Gesamtanordnung der Maschine, und zwar ist der Schnitt gemäß der Linie A-A des Grundrisses nach Fig. 67 gedacht. Fig. 66 ist ein Querschnitt gemäß der Linie B-B derselben Fig. 67. Fig. 67 ist ein Grundriß der Maschine in der Höhe der Ebene D-D in Fig. 65. Fig. 68 ist eine Seitenansicht der Maschine ge-

mäß der Ebene *C-C* der Fig. 67. Fig. 69 ist eine Oberansicht der Zylinder, der Spulen und der Vorrichtung zur hin- und hergehenden Bewegung auf der einen Seite und der Haltevorrichtung allein auf der anderen Seite der Maschine. Fig. 70 zeigt in größerem Maßstabe eine Spulenhülse und ihre Achse allein. Fig. 71 ist eine Seitenansicht der in Fig. 68 gestrichelt dargestellten Exzentrerscheibe. Fig. 72 ist eine Abwicklung

Fig. 69.

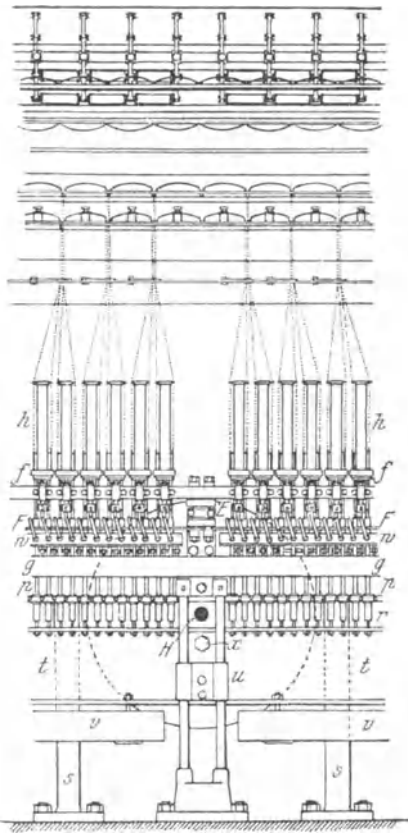


Fig. 68.

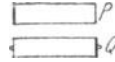


Fig. 70.



Fig. 72.

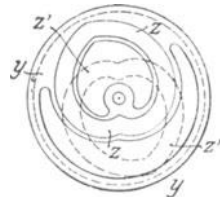


Fig. 71.

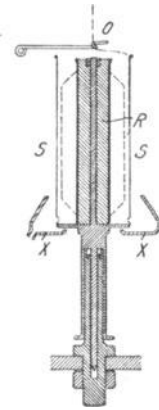


Fig. 73.

des äußeren Umfanges der Felge der Scheibe nach Fig. 71. Fig. 73 stellt in senkrechtem Schnitt eine Spinnspindel mit einer Spulenhülse dar, die mit Faden bewickelt ist. Fig. 74 veranschaulicht in Seitenansicht und in größerem Maßstabe einen Düsenträger mit der zugehörigen Regelungsvorrichtung, wobei die Feder in ihrer äußersten Stellung der Entspannung gezeichnet ist. Fig. 75 ist die Oberansicht der Scheibe des Düsenträgers. Fig. 76 ist ein senkrechter Schnitt des Düsenträgers und seiner Regelungsvorrichtung, wobei sich die Feder in der Stellung ihrer größten Spannung befindet. Fig. 77 ist die Oberansicht des oberen

Endes der Regelungsvorrichtung mit den Fadenführern. Fig. 78 stellt in Vorderansicht den Pumpenkörper mit dem zugehörigen Verteilungshahn dar. Fig. 79 ist ein senkrechter Schnitt durch die Pumpe und den Verteilungshahn, wobei der Pumpenkolben in seiner oberen Stellung dargestellt ist. Fig. 80 ist ein wagerechter Schnitt des in Fig. 79 dargestellten Hahnes. Fig. 81 ist die Oberansicht der Verteilungshähne und ihrer Steuervorrichtung. Fig. 82 ist die Ansicht der Welle mit zwei Scheiben zur Steuerung der Verteilungshähne, und zwar ist die Welle

Fig. 75.

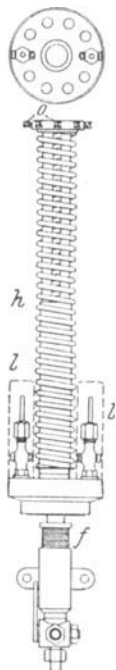


Fig. 74.

Fig. 77.

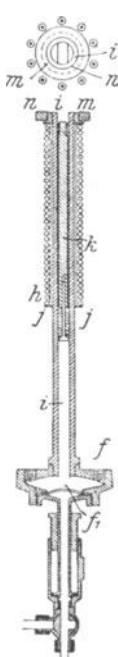


Fig. 76.

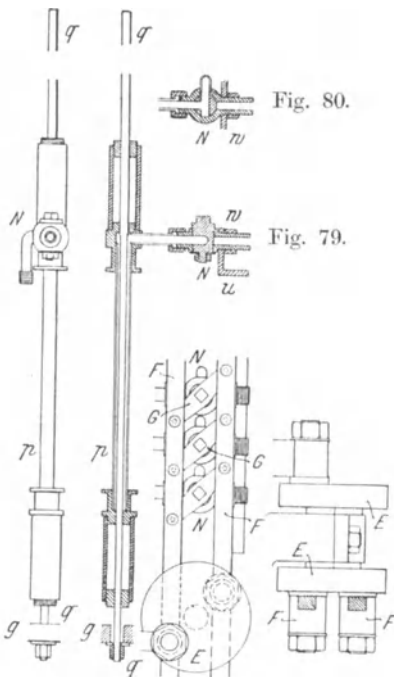


Fig. 78.

Fig. 81.

Fig. 82.

mit ihrem Lager veranschaulicht. Die Maschine hat die allgemeine Gestalt der in einem Gehäuse eingeschlossenen Maschinen zum Verspinnen von Kollodium. Das Gehäuse ist gegenüber den Fäden entweder durch bewegliche Verglasungen oder durch Vorhänge aus durchsichtiger Gaze verschlossen, die man entfernen kann, um Zugang zu den Fäden zu schaffen. Die Vorhänge oder Fenster werden an dem Rahmen bei *a* aufgehängt. Die Maschine ist von oben durch Glasfenster *b* verschlossen, die man öffnen kann, um die mit Fäden bewickelten Hülsen *c'* gegen leere Hülsen *c* auszuwechseln. Auf den inneren Wänden der Maschine sind Haken *d* befestigt, auf die die bewickelten Spulen *c'* gelegt werden, damit sie teilweise trocken können. Um die Bewegung der mit den schweren Dämpfen beladenen Luft gegen den Boden der Maschine zu

begünstigen, wo sie abgesaugt und in die Regenerationseinrichtungen befördert wird, kann man in den glatten oder mit Rippen versehenen Rohren *e* eine nicht gefrierende stark gekühlte Flüssigkeit umlaufen lassen. Die Spinndüsen, die für eine gemeinsame Spule liefern, sind auf einem scheibenförmigen Düsenträger *f* vereinigt, der auf einer hohlen, senkrechten, in einer Packung drehbaren Spindel (Fig. 76) angeordnet ist, aus der das Kollodium in den Düsenträger durch ein Filter *f'* einfließt. Dieser Düsenträger enthält so viele Spinndüsen, als man auf der gemeinsamen Spule Spinnfäden vereinigen will; in dem gezeichneten Ausführungsbeispiel (Fig. 75) ist angenommen, daß zehn Düsen je einer Spule entsprechen, es sind indessen in Fig. 74 und 75 nur zwei Düsen in ihrer Stellung gezeichnet. Infolge dieser Anordnung kann man jede Düse nach vorn bringen, wenn an ihr irgendeine Handhabung vorgenommen werden muß. Der untere feste Teil des Düsenträgers, der die Stopfbüchse enthält, ist auf einen Längsbalken des Rahmens geschraubt und trägt einen Dreiweghahn, der erforderlichenfalls die Entleerung des Düsenträgers von dem Kollodium gestattet. In der Mitte des Düsenträgers *f* ist in senkrechter Anordnung ein Federakkumulator oder Regler *h* angeordnet, der von einer rohrförmigen Säule *i* gebildet wird, die in ihrem oberen Teil geschlitzt ist, um einem Querbolzen Durchlaß zu gewähren, der die Stange oder den abgedichteten Kolben *k* mit dem Rohr *j* verbindet. Dieses Rohr kann in senkrechter Richtung auf der Säule *i* verschoben werden; es ist an seinem unteren Teil abgebogen, so daß ein Flansch entsteht, der der Feder *h* als Widerlager dient.

Unter der Voraussetzung, daß die Zuströmung des Kollodiums gleichmäßig erfolgt, erzeugt die Feder *h*, wenn der Ausfluß durch die Düsen größeren oder geringeren Widerstand infolge von Verdickung oder aus anderer Ursache findet, selbsttätig den erforderlichen Druck für das Ausfließen des Kollodiums, das auf diese Weise mit konstantem Volumen und unter veränderlichem Druck erfolgt. Wenn man die Spinnarbeit unterbricht, so bedeckt man die Düsen mit einem ringförmigen Deckel *l*, der das Erhärten des Kollodiums verhütet und das Wiedereingangssetzen der Maschine erleichtert. Auf das obere Ende der Säule *i* ist eine Ringmutter *m* geschraubt, die als oberes Widerlager für die Feder *h* dient und auf die sich ein die Fadenführer *o* tragender Ring *n* legen läßt. Um den Deckel *l* über die Düsen bringen zu können, muß man vorübergehend den Ring *n* entfernen. Jeder Düsenträger erhält das Kollodium durch eine von zwei getrennten Körpern *p* und *p'* gebildete Pumpe zugeführt. Der eine dieser Körper ist in Fig. 78 und 79 besonders und im größeren Maßstabe abgebildet. Die Bewegung des Kolbens eines jeden Körpers wird derart beeinflußt, daß er während der Abgabe des Kollodiums in den Düsenträger sich langsamer bewegt, als beim Ansaugen. Diese Anordnung bezweckt die Wirkung des Kolbens des einen Pumpenkörpers während des Spiels der Ventile oder Hähne des anderen Pumpenkörpers zu verlängern unter Berücksichtigung der verlorenen Zeit. Hieraus ergibt sich, daß bei dem Zufluß des Kollodiums jeder Totpunkt beseitigt ist. Lediglich zur Sicherung gegen die stets möglichen

Unregelmäßigkeiten des Ganges ist der oben beschriebene Hilfsregler mit Feder h angebracht worden. Der Differentialkolben q einer jeden dieser einfach wirkenden Pumpen durchsetzt diese von einem Ende zum anderen und ist mittels Stopfbüchsen abgedichtet. Das Kollodium wird in die Düsenträger bei der Abwärtsbewegung des Kolbens wegen der Verschiedenheit der Durchmesser seines oberen und seines unteren Teiles befördert. Das Kollodium strömt aus der Verteilungsleitung g unter Druck zu, weshalb die Kolben durch das Kollodium stets gehoben werden. Dieser Druck ist indessen in folgender Weise ausgeglichen: Die Gesamtzahl der Pumpenkörper der Maschine ist in zwei Reihen p und p' geteilt, die parallel in rechenartig ausgeführten Rahmen befestigt sind, indem sie in deren schellenförmigen Teilen gehalten werden. Diese Rahmen sind ihrerseits auf Gußsäulen s festgeschraubt, die den gesamten unteren Teil der Maschine tragen. Der unbewegliche Teil der Verteilungshähne N wird in seiner Stellung durch ein Winkeleisen w gesichert, durch das ihre Rohrstützen hindurchragen und in dem sie durch eine aufgeschraubte Mutter festgehalten werden.

Unterhalb eines jeden Rechens r und r' befindet sich ein mittels Gleitführungen u auf- und niederbeweglicher Balken t . Diese sich durch die gesamte Länge der Maschine erstreckenden Balken bestehen jeder aus einem hochkant gestellten Flacheisen mit wagrechten Flanschen; der obere Flansch hat Durchbrechungen, durch die die Stangen q der Kolben hindurchragen. Eine Unterlagscheibe und eine auf das untere Ende der Kolbenstange geschraubte Mutter nehmen den Kolben mit, wenn der Balken sich abwärts bewegt. Unter dem Balken t sind Gegengewichte v angehängt, die derart bemessen sind, daß sie den Mindestdruck des Kollodiums unter dem Kolben ausgleichen. Unter der Voraussetzung, daß lediglich die Wirkung des Kollodiums vorhanden ist, wird das aus dem Kolben, der Stange und dem Gegengewicht bestehende System dauernd in seine obere Stellung bewegt. Die zur Bewegung dieses Systems erforderliche Kraft muß also immer die Richtung von oben nach unten haben; sie braucht aber niemals größer zu sein, als der Unterschied des Höchstdruckes und des Mindestdruckes, die beim Spinnen angewendet werden und unter dem Kolben wirken. Es ist also nur ein sehr geringer Kraftaufwand erforderlich. Um den Balken t eine gleichmäßige Bewegung von unten nach oben und von oben nach unten mit verschiedenen Geschwindigkeiten zu erteilen, sind sie an den beiden Enden mit Rollen x versehen, die sich in Kurvennuten z und z' auf den Seiten einer Scheibe y bewegen können (Fig. 71); diese Nuten haben die Gestalt von Spiralen verschiedener Steigerung entsprechend der Geschwindigkeit der senkrechten Bewegung in jedem Sinne, während die Scheibe y eine gleichförmige Drehbewegung ausführt.

Wie aus der eingezeichneten gegenseitigen Stellung der zwei Kurvenbahnen gemäß Fig. 71 ersichtlich ist, fährt bei Drehung der Scheibe y an jedem Ende eines Hubs einer der Kolben fort, das Kollodium zu fördern, während der andere am Totpunkt angelangt ist und der Verteilungshahn dieses letzteren Kolbens in eine neue Stellung umgestellt wird. In Fig. 71 ist die Kurve z , die den Kolben p bewegt, in aus-

gezogenen Linien dargestellt, während die auf der anderen Seite der Scheibe befindliche, den Kolben p' bewegende Kurve z' in gestrichelten Linien dargestellt ist. Zur Erzielung der Drehung sämtlicher Hähne derselben Reihe sind auf dem Umfange der Scheibe y (vgl. Abwicklung in Fig. 72) drei Ringnuten eingeschnitten, die untereinander durch schräge Verbindungsnuten verbunden sind, deren Stellung der von der Scheibe y im Augenblick der Umstellung der Hähne eingenommenen Winkelstellung entspricht. In diesen Nuten führen sich Stifte i, i' und gelangen vermöge der Verbindung durch die schrägen Nuten zu dem gewünschten Zeitpunkte aus der einen Nut in die andere, wobei die seitliche Bewegung des Stiftes durch eine aus dem Grundriß nach Fig. 67 ersichtliche Hebelgruppe und mittels einer zwei Scheiben E (Fig. 66, 81 und 82) tragenden senkrechten Welle auf zwei längs der Maschine über den Verteilungshähnen N hinlaufende Schienen F übertragen wird. Der feste Drehzapfen des an seinem freien Ende den Stift tragenden Hebels ist auf einem Steg befestigt, der die beiden Rechen r und r' oberhalb der Scheibe y miteinander verbindet. Die Schienen F tragen Stifte, die Schlitznuten in den doppelten Hahnschlüsseln G der Verteilungshähne entsprechen und in diese eingreifend sämtlichen Schlüsseln gleichzeitig eine Drehbewegung erteilen. Die Welle H der Scheibe y trägt ein Zahnrad K , das in eine Schnecke L eingreift, die ihrerseits auf einer wagerechten, sich durch die gesamte Länge der Maschine erstreckenden Welle M festgekeilt ist. Diese Welle ist mit Hilfe von Zahnrad- oder Riemengetriebe mit der Welle der Walze verbunden, auf der die Spulen bewickelt werden, dergestalt, daß die beiden Geschwindigkeiten des Verspinnens und des Zuflusses des Kollodiums in einem bestimmten der gewünschten Fadenstärke entsprechenden Verhältnis zueinander stehen. Die Verteilungshähne N sind Dreiweghähne; sie führen eine Vierteldrehung am Ende eines jeden Hubs aus und setzen ihre entsprechenden Pumpenkörper abwechselnd mit der Verteilungsleitung g und dem Düsenträger f in Verbindung. An Stelle der in Spinnereien gewöhnlich verwendeten Spulen bedient man sich in diesem Falle der auch bekannten besonderen Spulenhülsen aus Aluminium oder Messing, die während des Spinnens auf Metallachsen geschoben sind, die in den Einschnitten von Haltearmen sich drehen. Eine Spulenhülse P und ihre Achse Q sind, voneinander getrennt, in Fig. 70 dargestellt. Die vorspringenden Ränder, von denen der eine auf der Achse und der andere auf der Hülse sitzt, haben die Aufgabe, die Umfangsfläche der Hülse von der der Walze bei den ersten Windungen des Fadens entfernt zu halten. Wenn die Spulenhülsen mit Faden bewickelt sind, legt man sie, damit sie teilweise trocknen, in der Maschine auf Haken d (Fig. 65), worauf sie auf eine Zwirnmaschine *Vaucanson'scher* Bauart gebracht werden.

Die Spindeln der Zwirnmaschine erhalten in Rücksicht auf die verwendete Spulenhülse eine besondere Ausführung. Sie tragen ein Rohr R (Fig. 73), auf das man die bewickelte Spulenhülse schiebt. Eine dünne Mantelhülse S aus Messing oder Aluminium läuft mit der Spindel um und schützt den Faden gegen Luftreibung und die daraus entstehende zu hohe Spannung. Die Drahtöse oder der Fadenführer o ist unmittel-

bar über der Drehachse angeordnet. Der Mantel *S* ist in seinem unteren Teil mit Durchbrechungen versehen, deren Ränder nach innen gedrückt und stutzenförmig sind; sie dienen zur Ableitung der alkoholischen Trockenflüssigkeit in eine feststehende kreisförmige Rinne, aus der die Flüssigkeit zu den Destillationsvorrichtungen zwecks Wiedergewinnens des darin verbliebenen Alkohols geleitet wird. Die Anordnung einwärts vorragender Ränder *X* der Durchbrechungen hat die Aufgabe, eine dünne Flüssigkeitsschicht auf der inneren Wand des Mantels zurückzuhalten. Diese Flüssigkeitsschicht von wechselnder Stärke spielt hier die Rolle der Ausgleichsringe bei gewissen Trockeneinrichtungen, die darin besteht, selbsttätig die Verlegung des Schwerpunktes der Spindel auf die Drehachse herbeizuführen.

Patentansprüche: 1. Maschine zum Verspinnen von Kollodium, dadurch gekennzeichnet, daß das Kollodium in jeden Düsenträger durch eine aus zwei getrennten Pumpen bestehende Gruppe eingeführt wird, deren Kolben beim Fortdrücken sich langsamer bewegen als beim Ansaugen, wodurch der eine Kolben noch fortfährt, das Kollodium in den Düsenträger zu befördern, während der andere Kolben sich bereits an seinem Totpunkt befindet, und daß die entsprechenden Verteilungshähne selbsttätig in der Weise umgestellt werden, daß keine Unterbrechung in der Zufuhr des Kollodiums eintritt.

2. Maschine nach Anspruch 1, bei der jeder Pumpenkolben aus einem den Pumpenkörper von einem Ende zum anderen durchsetzenden Differentialkolben besteht, dessen oberer Teil einen größeren Durchmesser hat als der untere Teil, dergestalt, daß der Druck des aus der Verteilungsleitung zuströmenden Kollodiums den Kolben ständig zu heben strebt, wobei jedoch dieser Druck bis zur Höhe des beim Verspinnen angewendeten Mindestdruckes durch am unteren Ende des Kolbens angreifende Gegengewichte ausgeglichen ist, so daß die zur Bewegung des Systems erforderliche, von oben nach unten gerichtete Kraft der Differenz des Höchstdruckes und des Mindestdruckes entspricht, die beim Spinnen erreicht werden und auf den Kolben wirken.

3. Maschine nach Anspruch 1 und 2, gekennzeichnet durch die Vereinigung sämtlicher Kolbenstangen an einem an senkrechten Führungen beweglichen Balken, der an seinen beiden Enden durch Rollen getragen wird, die in Kurven laufen, die auf den Seitenflächen einer Scheibe ausgebildet und so gestaltet sind, daß den Balken die gewünschte Auf- und Niederbewegung erteilt wird, während das Verhältnis der Drehgeschwindigkeit der Spulen und der Scheibe die Stärke des erhaltenen Fadens bestimmt.

4. Maschine nach Anspruch 1 und 2, bei der die gleichzeitige Umstellung einer Reihe von Verteilungshähnen durch zwei Schienen bewirkt wird, die mit Stiften in Schlitze der Hahnschlüssel dieser Hähne eingreifen, und bei der die Hin- und Herbewegung dieser Schienen durch ein Hebelsystem veranlaßt wird, das seinerseits durch einen Stift zwangsläufig gesteuert wird, der in auf dem Umfange der Kurvenscheibe vorgesehenen Nuten sich führt, wobei schräge Verbindungsnuten die Überleitung des Stiftes aus einer Nute in eine andere bewirken, so daß diese

seitliche Bewegung des Stiftes die Bewegung der Schienen und die Drehung der Hähne veranlaßt.

5. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß für jede Spule ein Satz Düsen auf einem kreisförmigen, auf der Zuleitung für das Kollodium mit einem hohlen senkrechten Zapfen in einer Stopfbüchse drehbaren Träger angeordnet ist, während in der Mitte des Düsenträgers ein Akkumulator oder Regler vorgesehen ist, der den zum Ausfluß des durch den Düsenträger zuströmenden Kollodiums durch sämtliche Düsen des Trägers erforderlichen Druck selbsttätig regelt, so daß das Ausfließen des Kollodiums in gleichbleibender Menge, jedoch unter veränderlichem Druck erfolgt.

100. H. de Chardonnet. Neue Regelvorrichtung für die Zuführung des Kollodiums in Kollodiumspinnmaschinen.

Franz. P. 554 195 vom 20. VII. 1922.

Die Neuerung bezweckt die Verbesserung der Regelvorrichtung für die Zuführung des Kollodiums, die in der französischen Patentschrift 478 405 ¹⁾ beschrieben ist. Bei der älteren Vorrichtung war ein unter Federwirkung stehender Kolben vorgesehen, der auf das zu den Düsen fließende Kollodium drückt. Die hier auftretende Reibung war jedoch nachteilig.

Die in der Zeichnung dargestellte neue Regelvorrichtung soll also an die Stelle der in den Fig. 74 und 76 (S. 100) abgebildeten Regelvorrichtung treten. Fig. 83 zeigt einen Längsquerschnitt, Fig. 84 eine Längsansicht, Fig. 85 den Querschnitt durch den unteren Teil, Fig. 86 den Querschnitt durch den oberen Teil und Fig. 87 eine Draufsicht.

Auf dem kreisförmigen Düsenhalter *B* ist die hohle Säule *E* aus Kupfer oder verzinnem Eisen befestigt und oben und unten bei *Z* abgedichtet. Die hohle Säule *E* wird mit ihren Abdichtungen gehalten durch den unten mit Flansch *G* und oben mit Schraubenmutter *W* versehenen

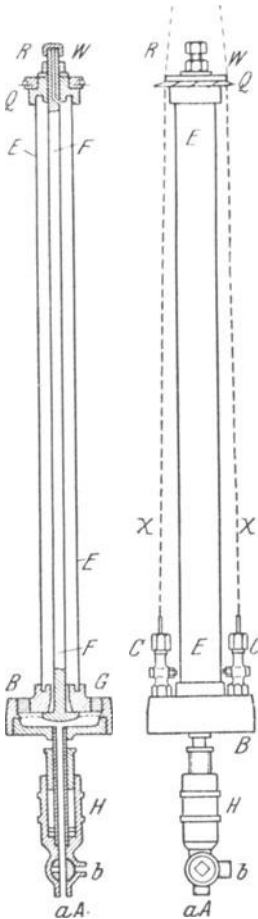


Fig. 83.

Fig. 84.

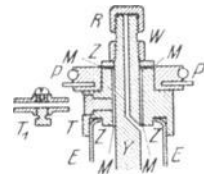


Fig. 86.

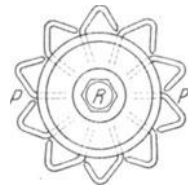


Fig. 87.

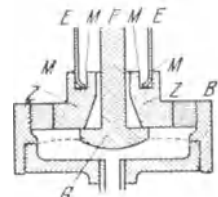


Fig. 85.

¹⁾ Siehe S. 98.

verzinnten Eisenbolzen *F*. Der Hohlraum zwischen dem Bolzen *F* und der hohlen Säule *E* wird nun durch einen unten und oben offenen Schlauch *M* aus Goldschlägerhaut oder einem anderen biegsamen Stoff in zwei Räume unterteilt. Der Schlauch *M* ist unten bei *Z* und oben bei *W* eingeklemmt und gasdicht abgedichtet. Der innere Raum des Schlauches *M* ist lediglich dazu bestimmt, das zu verspinnende Kollodium aufzunehmen, während in dem Raum zwischen dem Schlauch *M* und der hohlen Säule *E* irgendein Gas mit oder ohne Druck vorhanden sein soll. Vor Einlassen des Kollodiums in den Schlauch *M* wird erst aus diesem mittels des im oberen Teil des Bolzens *F* angebrachten Kanales *Y* die Luft abgesaugt. Mittels des Verschlußstückes *T* (oder Hahns *T*₁) kann das Gas in den Raum zwischen Schlauch *M* und Rohr *E* eingelassen werden.

Die Vorrichtung wirkt nun derart, daß das Luft- oder Gaskissen, das sich in dem Raume zwischen dem nachgiebigen Schlauch *M* und der Säule *E* befindet, durch den Schlauch mehr oder weniger zusammengedrückt wird, je nachdem mehr oder weniger Kollodium sich in dem Schlauche entsprechend den eintretenden Betriebsunregelmäßigkeiten befindet. Hierdurch werden diese Unregelmäßigkeiten ausgeglichen und außerdem wird der Vorteil erzielt, daß der Schlauch das Kollodium gegen Berührung mit Luft oder Gas völlig schützt.

101. H. de Chardonnet. Vorrichtung für Kunstseidenspinnmaschinen zum Verteilen des Kollodiums.

Franz. P. 563 682 vom 12. III. 1923.

Die Vorrichtung soll an die Stelle der Dreiweghähne *N* treten, die in der französischen Patentschrift 478 405¹⁾ beschrieben sind und dazu dienen, das Kollodium abwechselnd den zwei Pumpen zuzuführen, welche ununterbrochen einen Düsenträger mit Kollodium speisen. Da diese Dreiweghähne verschiedene Nachteile haben, werden sie ersetzt durch eine Verteilungsvorrichtung für das Kollodium, die aus zwei rundschieberartig ausgebildeten Rohren besteht, von denen eins in dem anderen gleitet. Beide sind von einem Gehäuse umgeben und abgedichtet. Das Kollodium tritt in der Gehäusemitte in die Verteilungsvorrichtung ein und durch eine obere Öffnung, die zu der einen Pumpe führt und durch eine untere Öffnung, die zu der anderen Pumpe führt, wieder aus. Durch Längverschiebung des einen Rohres gegen das andere wird dieses Austreten des Kollodiums gesteuert, indem die Durchlaßöffnungen abwechselnd geschlossen und geöffnet werden. Es ist außerdem eine selbsttätige Arretiervorrichtung mit Hebeln und Feder vorgesehen, welche das bewegliche Rohr in seinen Endstellungen jeweilig unverrückbar festhält. Die ganze Verteilungsvorrichtung wird von dem auf- und niederbeweglichen Balken angetrieben, der bei der Maschine gemäß französischer Patentschrift 478 405 die Kolbenstangen bewegt.

(4 Zeichnungen.)

¹⁾ Siehe S. 98.

Nach Berl und Isler.

102. Dr. E. Berl und Dr. M. Isler, Tubize-Brüssel. Verfahren zum Verspinnen von Nitrozellulosequellungen zum Zwecke der Herstellung von Fäden, künstlichem Roßhaar, künstlichem Stroh, Filmbändern u. dgl.

D.R.P. 273 936 Kl. 29 b vom 17. VI. 1913 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 1 188 718; brit. P. 14 216¹⁹¹⁴; niederl. P. 2089; franz. P. 473 446.

Die bisherigen Verfahren zum Naßspinnen von Nitrozellulosekolloidum weisen sehr wesentliche Nachteile auf. Vor allem hat es sich als notwendig erwiesen, zur Auflösung der Nitrozellulose in den benötigten Lösungsmitteln trockene Nitrozellulose zu verwenden. Verspinn man nämlich im Wasser ein Kolloidum, das mit der beim Trockenspinnverfahren angewandten feuchten Nitrozellulose hergestellt ist, so erhält man weiße, undurchsichtige, unelastische Produkte, die nur geringen Wert besitzen. Die bisher als notwendig befundene Trocknung der Nitrozellulose erfordert aber, um Unfällen, die durch spontane Zersetzung vorkommen können, vorzubeugen, eine weitgehende Stabilisierung der Nitrozellulose. Immer aber bleibt die große Gefahr des Arbeitens mit trockener Nitrozellulose bestehen. Des weiteren hat es sich als zweckmäßig erwiesen, beim Naßspinnverfahren das billigere Lösungsmittelgemisch Äther-Alkohol durch andere teurere Lösungsmittelgemische, so z. B. Gemische, die aus Methylalkohol, Äthylalkohol und wenig Äther bestehen, zu ersetzen.

Die angeführten Nachteile des Naßspinnverfahrens lassen sich nun dadurch völlig vermeiden, daß man die wie gewöhnlich ausgeschleuderte feuchte Nitrozellulose mit 20–30% Wassergehalt in Äther-Alkohol löst, wobei vorteilhaft an Stelle des beim Trockenspinnverfahren angewandten Mischungsverhältnisses von 60 Tn. Äther und 40 Tn. Alkohol ein Lösungsmittelgemisch verwendet wird, in dem der Alkohol vorwaltet, so z. B. Gemische von 40–50 Tn. Äther und 60–50 Tn. Alkohol. Man erhält sehr elastische, klare, in ihrem Querschnitt durchaus regelmäßige Fäden, wenn man an Stelle des bisher verwendeten Fällbades aus reinem Wasser ein solches aus erwärmtem verdünnten Alkohol benutzt, wobei dieser zweckmäßig in Stärke von 25–50 Volumprozent zur Verwendung kommt. Es hat sich ferner gezeigt, daß die Entfernung des Äthers aus dem koagulierten Produkte um so besser vor sich geht, je näher das Koagulationsbad dem Siedepunkte des Äthers, also 35,5° C, gehalten wird. Unter diesen Bedingungen ist die Erzielung von glasklaren, durchsichtigen Fäden mit kreisrundem Querschnitt mit Spinngeschwindigkeiten möglich, welche denen des Trockenspinnverfahrens mit 40 bis 50 m in der Minute nicht nachstehen. Es ist klar, daß durch geeignete längere Führung der Fäden in der Fällflüssigkeit die Hauptmenge des Äthers und beim Nachbehandeln der Spinnprodukte mit Wasser fast aller Alkohol mühelos wieder gewinnbar ist.

Patentanspruch: Verfahren zum Verspinnen von Nitrozellulosequellungen zum Zwecke der Herstellung von Fäden, künstlichem Roßhaar, künstlichem Stroh, Filmbändern u. dgl., dadurch gekennzeichnet,

daß Kollodien, die mit Nitrozellulose von 20—30% Wassergehalt in bekannter Weise hergestellt sind, durch wässrige Alkohollösungen von 25—50 Volumprozent Alkohol und bei einer die Siedetemperatur des Äthers nicht übersteigenden Temperatur zum Erstarren gebracht werden.

Nach Fabrique de Soie Artificielle d'Obourg und Denis.

103. Fabrique de Soie Artificielle d'Obourg (Société anonyme), Obourg-Lez-Mons, und M. Denis, Mons, Belgien. Spinddüsenträger mit mehreren einzeln abstellbaren Düsen für Maschinen zur Herstellung künstlicher Gespinste aus geeigneten Lösungen. D.R.P. 287 968 Kl. 29a vom 25. XII. 1913 (gelöscht); belg. P. 263 133; franz. P. 494 705.

Die Aufgabe, bei Maschinen zum Spinnen künstlicher Seide möglichst viele Spinddüsen in der Längeneinheit des Spinddüsentragrohres anzuordnen, ist bereits mehrfach gestellt worden, wie man auch bereits zu der Erkenntnis gelangt ist, daß es für das Spinnen künstlicher Seide im Hinblick auf die hierbei zu beachtenden eigenartigen Verhältnisse durchaus wünschenswert wäre, die Anordnung der Spinddüsen so zu treffen, daß jede einzelne Spinddüse für sich zugänglich ist, daß also jede einzelne Spinddüse ausgewechselt werden kann, ohne daß hierbei die anderen Düsen oder die aus benachbarten Düsen herauskommenden Einzelfädchen beeinflußt werden. Die Versuche, die man zur Lösung dieser Aufgabe angestellt hat, und die Vorschläge, die auf die Lösung der betreffenden Aufgabe abzielten, haben keine brauchbaren Ergebnisse gezeitigt. Beispielsweise hat man bei einer Spezialmaschine vorgeschlagen, die mit mehreren Spinddüsen versehenen Hilfsverteiler selbst zu zweien oder mehreren und dabei derart anzuordnen, daß sie eine Drehung in senkrechter Richtung auszuüben vermögen; indessen handelt es sich bei dieser Ausführung um gerade ausgebildete Hilfsverteiler, wobei das Auswechseln einer Düse aber das Herumschwingen des ganzen Hilfsvertailers, also das Außertätigkeitsetzen aller auf dem betreffenden Hilfsverteiler angeordneten Düsen notwendig macht. Es ist also bei dieser bekannten Maschine keineswegs möglich, jede einzelne Düse ohne Beeinflussung der benachbarten Düsen auszuwechseln oder sonstwie handhaben zu können. Ein anderer Vorschlag, der zur Lösung der eingangs erwähnten Aufgabe gemacht worden ist, sieht eine drehbare Anordnung der allerdings mit einer größeren Anzahl von Düsen versehenen, aber auch hier geradlinig ausgebildeten Düsenträger vor, indessen ist auch mit dieser Konstruktion die Aufgabe, möglichst viel Spinddüsen auf den laufenden Meter anbringen und dabei gleichzeitig die Zugänglichkeit jeder einzelnen Düse gewährleisten zu können, nicht zu lösen, vielmehr kann bei dieser bekannten Ausführung entweder nur auf die Zugänglichkeit der einzelnen Düsen oder aber nur auf die Anordnung einer größeren Anzahl von Düsen auf den laufenden Meter Rücksicht genommen werden. Wenn man nämlich bei der besprochenen bekannten Maschine möglichst viel Düsen auf den laufenden Meter

anordnen will, so muß man die parallel zueinander gerichteten Düsen-träger in ganz geringer Entfernung voneinander anordnen, und in diesem Falle scheidet dann die Zugänglichkeit der hinteren Düsen vollständig aus, da die Düsen-träger verhältnismäßig lang ausgeführt sind und eine Beeinflussung der hinteren Düsen das Zwischengreifen der Arbeiterin zwischen die aus den Düsen zweier benachbarter Düsen-tragrohre austretenden Einzelfäden erfordert, die hier sehr nahe aneinanderliegen. Will man dagegen bei der bekannten Konstruktion die Zugänglichkeit jeder einzelnen Düse berücksichtigen, so muß man die einzelnen Düsen-tragrohre so anordnen, daß ihre Drehbolzen mindestens um die Länge der Düsen-tragrohre voneinander entfernt zu liegen kommen, was natürlich wiederum einen Verzicht auf den Vorteil der Anordnung möglichst vieler Düsen auf den laufenden Meter bedeutet.

Demgegenüber wird mit dem Gegenstand der Erfindung die eingangs erwähnte Aufgabe erstmalig restlos gelöst, denn der Erfindungsgegenstand ermöglicht sowohl die Anordnung einer denkbar größten Anzahl von Spinddüsen auf den laufenden Meter, als auch die Zugänglichkeit jeder einzelnen Düse in der Weise, daß jede einzelne Düse ausgewechselt oder sonstwie beeinflußt werden kann, ohne daß dabei die aus den anderen Düsen desselben oder aber des benachbarten Düsen-tragrohres austretenden Fäden irgendwie beeinträchtigt würden. Im wesentlichen besteht die Erfindung darin, daß die Düsen unter dem üblichen Mindestabstand voneinander fortlaufend in einer geschlossenen Kreislinie angeordnet¹⁾ und dabei die diese Anordnung der Düsen ermöglichenden, sich ihrerseits zu einer Art Ring zusammensetzenden Düsen-träger derart um eine senkrechte Mittelachse drehbar eingerichtet sind, daß jede einzelne Düse nach vorn, nämlich in den Bereich der Hand der Arbeiterin gebracht und nun einzeln für sich gereinigt, ausgewechselt oder sonstwie beeinflußt werden kann, ohne daß hierbei auch nur die aus den unmittelbar benachbarten Düsen austretenden Fäden irgendwie in Mitleidenschaft gezogen würden. Durch die vorerwähnte Anordnung der Düsen unter dem üblichen Mindestabstand voneinander, aber fortlaufend in einer geschlossenen Kreislinie wird nun der Vorteil geschaffen, daß man in der Lage ist, an einem Düsen-träger hinsichtlich seiner Projektion auf eine gerade Linie überhaupt die denkbar größte Anzahl von Spinddüsen anbringen zu können, da bekanntlich das Verhältnis zwischen der Länge der Kreislinie und derjenigen der Projektion auf die gerade Linie, hier also auf den Durchmesser des Kreises 3,14 : 1, beträgt. Während man also beispielsweise auf einem geraden Düsen-träger nur 100 Düsen anzuordnen vermag, bietet der Erfindungsgegenstand infolge der vorerwähnten Anordnung und Benutzung eines drehbaren und in der Hauptsache kreisförmig ausgebildeten Düsen-trägers die Möglichkeit, innerhalb der für den geraden Düsen-träger in Betracht kommenden Länge 314 Spinddüsen anbringen und hierbei die Zugänglichkeit jeder einzelnen Spinddüse gewährleisten zu können.

¹⁾ Siehe S. 152.

Die Zeichnung veranschaulicht den Gegenstand der Erfindung in einem Ausführungsbeispiel. Fig. 88 ist ein mittlerer senkrechter Schnitt durch die drehbare Rampe gemäß der Erfindung, während Fig. 89 eine Draufsicht, teilweise im Schnitt, zeigt.

In der Zeichnung ist 1 das Zuführungsrohr, das einen Hahn 2 trägt, der mit einem Gehäuse 4 verbunden ist, in welchem letzterem sich der hohle Schaft 3 drehen kann. Um eine vollständige Abdichtung zu gewährleisten, fernerhin aber auch um eine leichte Drehung der Stange 3 trotz der

weiter oben erwähnten hohen Drucke zu ermöglichen, ist hierbei noch folgende Einrichtung getroffen. Auf der hohlen Stange 3 ist eine Manschette oder ein Ring 5 aus Leder oder anderem geeigneten Stoff angeordnet, wobei dieser Ring von der zum Spinnen benutzten Lösung einen von unten nach oben gerichteten Druck erfährt. Dieser Druck oder Stoß wird durch einen von oben nach unten gerichteten, seitens des Kollodiums od. dgl. ausgeübten Stoß ausgeglichen, der über die Umleitung 6 auf den Lederring 7 einwirkt, welcher letzterer ebenfalls auf dem hohlen Schaft 3 angeordnet ist. Der Austritt der Lösung aus dem Gehäuse wird dabei durch eine Lederseiche 8 verhindert. Der hohle Schaft 3 trägt einen Kopf 9, der in seiner Mitte mit einer Filtervorrichtung 10, 11 und auf seinem Umfang mit radial gerichteten Rohren 12 versehen ist, von denen jedes wiederum einen Kopf 13 trägt. Hierbei sind also erfindungsgemäß die einzelnen Düsenträger 13 so angeordnet, daß sie einen Ring bilden, auf dem die in die Gewindestutzen od. dgl. 15 einzuschraubenden Spinn­düsen unter dem üblichen Mindestabstand in einer vollständig geschlossenen Kreislinie angeordnet sind.

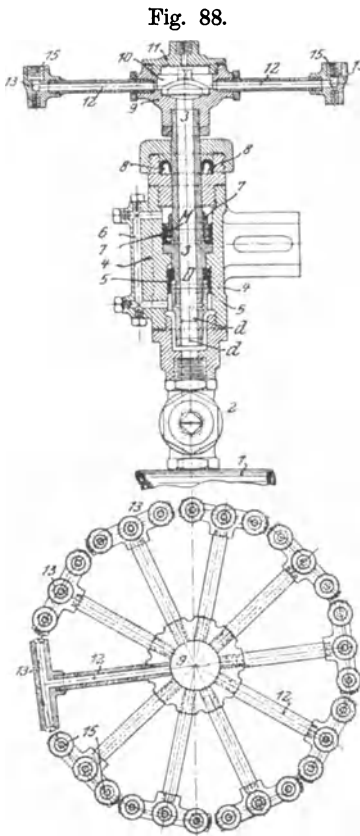


Fig. 89.

Patentanspruch: Spinn­düsenträger mit mehreren einzeln abstellbaren Düsen für Maschinen zur Herstellung künstlicher Gespinste aus geeigneten Lösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen unter dem üblichen Mindestabstand voneinander fortlaufend in einer geschlossenen Kreislinie angeordnet sind und der Düsenträger verdrehbar ist, um eine größte Anzahl von Spinn­düsen auf den laufenden Meter der Maschine unterzubringen und jede einzelne Spinn­düse durch entsprechende Verdrehung

des Spinddüsenträgers in den Bereich der Hand der Arbeiterin bringen zu können.

Eine Trockenspinnvorrichtung beschreibt ferner das brit. P. 165 519, s. S. 614.

Nach Dryen.

104. A. Dryen, Londerzeel, Belgien. Verfahren zum Verspinnen von Nitrozelluloselösung.

D.R.P. 339 011 Kl. 29 b vom 29. XII. 1917 (gelöscht); brit. P. 157 220 (R. Haddan, Fabrique de Soie Artificielle de Tubize); Ver. St. Amer. P. 1 377 761; franz. P. 530 505.

Kunstseide und ähnliche Nitrozelluloseerzeugnisse werden bisher an der Luft versponnen, hierbei wird die Nitrozelluloselösung durch eine geeignete Öffnung getrieben, an deren Ausgang die Nitrozelluloselöser, gewöhnlich Äther und Alkohol, sich infolge ihrer Dampfspannung verflüchtigen und in die umgebende Luft übergehen. Dies Verfahren hat verschiedene Übelstände. Die Wiedergewinnung der Löser gestaltet sich infolge ihrer Verdünnung mit großen Mengen Luft sehr schwierig. Das Auffangen der gasförmigen Löser in mit Schwefelsäure berieselten Türmen erfordert die Anwendung konzentrierter und kalter Säure, und es ergeben sich große Verluste beim Austreten der Gasgemenge. Außerdem hat das Verspinnen der Kunstseide an der Luft den Nachteil, daß die Luft ein Festwerden der äußeren Hülle des Fadens vor der Verdunstung des im Kern befindlichen Löser bewirkt, so daß der Kunstfaden aus Nitrozellulose einen unregelmäßigen Querschnitt, ein weniger glattes Aussehen und einen weniger regelmäßigen Glanz aufweist, als die nach den anderen Verfahren erhaltenen Kunstseidefäden.

Diese Übelstände können beim Arbeiten nach der Erfindung vermieden werden. Nitrozellulose von 25 oder 30% und selbst mehr Feuchtigkeit wird in dem üblichen Lösungsmittel Äther-Alkohol gelöst und die Lösung unter Pressen durch eine geeignete Öffnung in einem Schwefelsäurebade koaguliert. Es bildet sich ein Nitrozellulosefaden, während der Ätheralkohol sich mit der Schwefelsäure des Bades verbindet. Die Wiedergewinnung des Löser wird mit dem Verspinnen verbunden. Die Schnelligkeit des Koagulierens wird infolge des großen Aufnahmevermögens der Schwefelsäure für Äther und Alkohol bedeutend erhöht. Um ein vollständiges Aufnehmen der Löser durch das Koagulierungsbad zu gewährleisten, gibt man diesem eine Länge von etwa 40 cm, was sich am besten dadurch bewerkstelligen läßt, daß man die aus der Spinnvorrichtung austretenden Fädchen wagerecht richtet. Die Fädchen werden dann in üblicher Weise auf eine Spule gewickelt. Die aus dem Bade tretenden Fädchen ziehen genügend Flüssigkeit mit sich, um während ihrer Aufwicklung auf die Spule noch weiter der Einwirkung der koagulierenden Flüssigkeit zu unterliegen. Man kann aber auch die Spulen unmittelbar berieseln, etwa mit Schwefelsäure gleicher oder anderer Stärke wie die des Koagulierbades, mit mehr oder weniger verdünnten Alkohol, mit der Lösung eines Salzes oder auch mit reinem Wasser. Das Koagulierbad soll ständig einen bestimmten Gehalt an

Monohydrat aufweisen, ebenso wie man den Gehalt an Äther und Alkohol ständig aufrechterhält. Der Gehalt des Koagulierbades an Monohydrat kann sehr schwanken. Bei einer trockenen Ausgangsnitrozellulose kann der Gehalt auf 30% erniedrigt werden, bei einer Ausgangsnitrozellulose mit 25–30% Feuchtigkeit erhält man die besten Ergebnisse mit einem Gehalt von 60–65% Monohydrat; man kann alle zwischen 30 und 75% Monohydrat liegenden Stärken benutzen. Das Koagulierbad muß indessen immer wenigstens 25% Wasser enthalten, damit eine Zersetzung der Nitrozellulose vermieden wird. Man arbeitet bei Raumtemperatur oder niedriger. Man zieht regelmäßig einen Teil des Koagulierbades ab und unterwirft ihn der Destillation, die durch Zusatz von Wasser erleichtert wird. Man erhält so Äther und Alkohol neben verdünnter Schwefelsäure, die durch Konzentrieren wieder auf die erforderliche Stärke gebracht wird. Ähnlich verfährt man mit den vom Berieseln der Spuren herrührenden Flüssigkeiten. Der Feuchtigkeitsgehalt der ursprünglichen Nitrozellulose kann wegen der starken Wasseraufnahmefähigkeit der Schwefelsäure des Bades veränderlich sein; wenn man an der Luft eine aus einer 30% Wasser enthaltenden Nitrozellulose bereitete Lösung verspinn, so erhält man eine trübe Seide ohne Glanz, ein Übelstand, der bei vorliegendem Verfahren vermieden wird.

Das geschilderte Verfahren gestattet die Anwendung solcher Löser der Nitrozellulose, die sonst wegen ihrer schwachen Dampfspannung oder aus anderen Gründen zum Verspinnen an der Luft nicht benutzt werden können. So sind insbesondere Aceton und Essigester zwei gute Löser für Nitrozellulose. Mit Hilfe solcher Lösungen an der Luft versponnene Erzeugnisse sind jedoch trübe, undurchsichtig und ohne Glanz, während die gleiche Lösung, in einem Bade von Schwefelsäure koaguliert, ein durchsichtiges, glattes und glänzendes Erzeugnis liefert. Wesentlich bei dem vorliegenden Verfahren ist, daß die Nitrozelluloselösung in dem Augenblick, wo sie aus der Spinnvorrichtung tritt, sofort in dem Schwefelsäurebade koaguliert wird, so daß die Löser aufgenommen werden, ehe der Faden mit der Luft in Berührung tritt. Dadurch wird eine regelmäßige Form sowie Klarheit und Durchsichtigkeit des Fadens gewährleistet.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Verspinnen von Nitrozelluloselösungen zwecks Herstellung von Kunstseide, Kunsthaar, Kunststroh, Häutchen, Bändern und anderen ähnlichen Erzeugnissen, dadurch gekennzeichnet, daß die Fasern, Fäden, Gewebe, Bänder usw. in einem Bade von Schwefelsäure koaguliert werden.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man bei Verwendung einer Ausgangsnitrozellulose mit 25–30% Feuchtigkeit ein Koagulierbad von gewöhnlicher oder niedrigerer Temperatur benutzt, das einen zwischen 30 und 75% liegenden Gehalt an Schwefelsäuremonohydrat aufweist.

3. Bei den Verfahren nach Anspruch 1 und 2 die Anwendung von Lösungen der Nitrozellulose in Aceton oder Essigester und Alkohol.

Nach de Coma.

105. Cl. de Coma. Verfahren und Vorrichtung zum gleichzeitigen Spinnen und Zwirnen von Kunstseide und zum Denitrieren.

Franz. P. 501 897 vom 23. VII. 1919.

Aus Fig. 90 ist ersichtlich, wie die Fäden aus den Düsen *a* austreten und auf ihrem Lauf nach oben zwecks Zwirns und Aufwickelns zu-

Fig. 90.

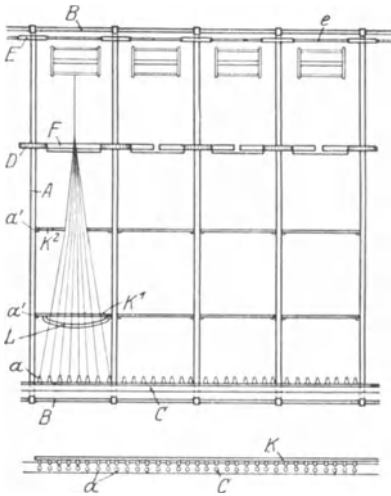


Fig. 91.

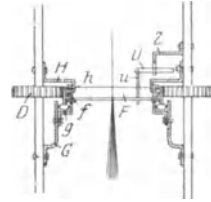


Fig. 92.

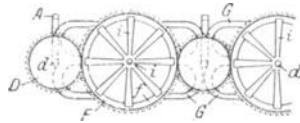


Fig. 93.

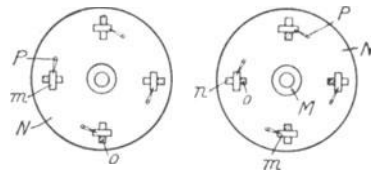


Fig. 94.

Fig. 95.

sammengeführt werden. Das Zwirnen geschieht durch die außen verzahnten Zwirnräder *F* (Fig. 90, 92 und 93), die von den Zahnrädern *D* gedreht werden. Die Fäden werden durch das Zwirnrad hindurch zu den Spulen geführt, die aus den Fig. 90, 94, 95 und 96 ersichtlich sind.

Fig. 97.

Fig. 98.

Fig. 99.

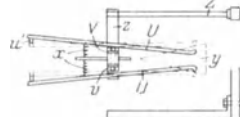
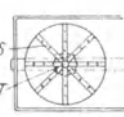
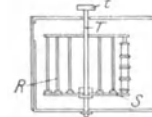


Fig. 96.

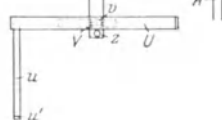


Fig. 100.

Das Zwirnrad *F* ist zwecks leichter Drehung auf unteren und seitlichen Rollenbahnen *g* und *h* geführt. Durch das Rad *F* wird der sternförmige Teil *i* (Fig. 93), der nach oben herausnehmbar ist, gedreht und durch Öffnungen in ihm werden die Fäden geführt. Um die Fäden zu trocknen,

ist längs den Düsen a ein Rohr k (Fig. 91) geführt, aus dessen Mündungen heiße Luft auf die Fäden geblasen wird. Noch zwei derartige Rohre k^1 und k^2 befinden sich in verschiedenen Höhenlagen zwischen den Düsen und dem Zwirnrad. Ein weiteres Luftrohr befindet sich am Zwirnrad selbst; diese Rohre besitzen Ansätze verschiedener Neigung, die die heiße Luft in der gewünschten Richtung auf die Fäden blasen. Die Spule, die auch zum Denitrieren verwendet wird, hat, wie aus den Fig. 94—96 zu erkennen ist, zwei Stirnscheiben N und Querstäbe O , auf die gewickelt wird. Diese Querstäbe sind in radialen Schlitzführungen n der Stirnscheiben verschiebbar und durch Festhaltevorrichtungen m , P entweder in der Zwirnstellung (Fig. 94, großer Durchmesser der Spule) oder in der Denitrierstellung (Fig. 95, kleiner Durchmesser der Spule) festgehalten. Zum Denitrieren werden die Spulen reihenweise übereinander auf die senkrechten Stäbe R (Fig. 97 und 98) eines auf einer Achse T befestigten Käfigs S aufgesteckt. Der Käfig wird durch Rad t in dem Denitrierbehälter in Umdrehung versetzt.

Aus Fig. 92, 99 und 100 ist noch eine Vorrichtung ersichtlich, die beim Reißen eines Fadens auf der Spinnmaschine von Hand in Tätigkeit gesetzt wird. Sie besteht aus zwei um Scharniere v drehbaren horizontalen Schenkeln U , die senkrechte Klemmteile u besitzen. Diese Klemmteile u werden für gewöhnlich durch Federn x auseinandergespreizt. Sie können aber einander genähert, also in Klemmstellung gebracht werden, wenn der Keil y zwischen die hinteren Enden der Schenkel U eingeschoben wird. Die ganze Vorrichtung ist noch schwenkbar um das Scharnier V , so daß sie aus der Horizontalstellung in Schräglagen gebracht werden kann. Reißt nun ein Faden, so schiebt die Arbeiterin den Keil y ein, die Klemmteile u nähern sich also einander, gleichzeitig neigen sie sich nach unten (durch Schwenkung um V) und erfassen einen der Radialarme i (Fig. 93) des Zwirnrades (Fig. 92, 93). Wird jetzt die Klemmvorrichtung nach aufwärts um V geschwungen, so hebt sie den sternförmigen Teil i der Zwirnvorrichtung mit nach oben aus seinem Antriebsrad F heraus, und der gerissene Faden kann in den jetzt ruhig stehenden Teil i eingeführt werden. Wird hierauf der Keil y wieder herausgezogen, so fällt i wieder in sein Antriebsrad F zurück, und das Zwirnen erfolgt weiter.

106. Cl. de Coma. Neues Verfahren und Vorrichtung zum gleichzeitigen Spinnen und Zwirnen von Kunstfäden in einer Operation.

Franz. P. 21 644 vom 29. VIII. 1919, Zusatz zum franz. P. 501 897.

Die Erfindung betrifft eine besondere Vorrichtung zum Aufwickeln des Zwirnes auf die Spule, die an die Stelle des Zwirnrades F i des Hauptpatentes (s. vorstehend) treten soll, während die sonstigen Teile der Spinnmaschine nach dem Hauptpatent unverändert bleiben. Gemäß Fig. 101 ist die Spule B in einem horizontal liegenden Zahnrad C drehbar angeordnet, das von Rädern D gedreht wird. Die Spule macht also außer ihrer Drehung um die eigene Achse b (Fig. 102), die das Auf-

wickeln des Zwirnes bewirkt, auch noch eine Drehung um eine hierzu senkrechte Achse, wodurch das Zwirnen des Fadenbündels verursacht wird. Die Drehung der Spule um ihre eigene Achse b wird dadurch erzielt, daß auf der Achse b eine Antriebs Scheibe b' angeordnet ist, die mit einem fest am Maschinengestell angebrachten Kurvenstück O zusammenarbeitet. Dreht sich also die Spule B infolge Drehung des Zahnrades

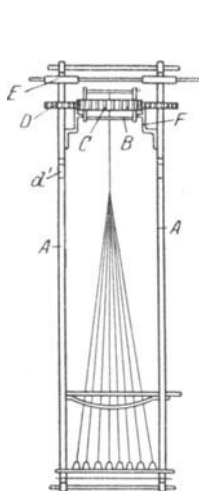


Fig. 101.

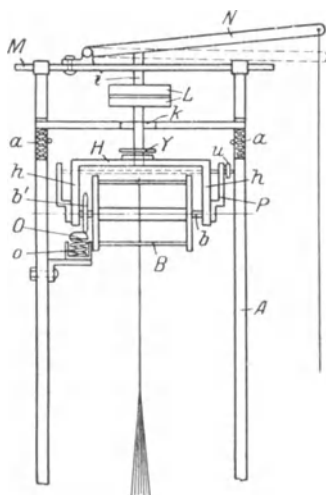


Fig. 102.

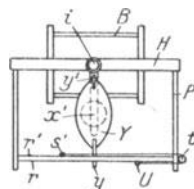


Fig. 103.

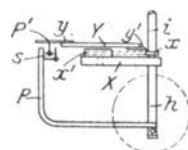


Fig. 104.

C , so stößt sie bei jeder Umdrehung einmal gegen das Kurvenstück O und wird hierdurch um ungefähr $\frac{1}{3}$ ihres Umfanges um ihre eigene Achse b gedreht, so daß das Aufwickeln des Zwirnes geschieht. Damit nun das Aufwickeln in richtiger Weise erfolgt, muß der Zwirn noch durch eine Fadenführvorrichtung längs der Spule hin- und hergeführt werden. Diese Vorrichtung zeigen die Fig. 102—104. Durch die Antriebsachse i des Zahnrades C wird durch die Schnurradübersetzung $x x'$ die Unrundscheibe Y langsam gedreht, die an ihren Spitzenden versetzt zueinander stehende Triebstifte $y y'$ hat. Unterhalb der Unrundscheibe Y sind zwei parallele Führungsstäbe $r r'$ angebracht, auf denen Gleitringe s' und U gleiten können, die durch eine über eine Rolle geführte Schnur t miteinander verbunden sind. Die Gleitringe s und U haben Anschläge P und P' . Bei der Drehung der Unrundscheibe im Uhrzeigersinn stößt nun Triebstift y gegen den Anschlag P und führt ihn von rechts nach links. Hierdurch wird Anschlag P' von links nach rechts geführt, da er sich am anderen Ende der Schnur t befindet. Dreht sich die Unrundscheibe Y weiter, so stößt der Triebstift y' an den Anschlag P' , so daß dieser von rechts nach links geführt wird während Anschlag P in entgegengesetzter Richtung gleitet usf. Da nun einer der Gleitringe als Fadenführer ausgebildet ist, wird der Zwirn in richtiger Weise längs der Spule hin- und hergeführt.

Nach Delpech.**107. J. Delpech.** Vorrichtung zum Gleichmäßighalten des Titors beim Spinnen künstlicher Seide.

Franz. P. 578 350 vom 17. V. 1923.

Am Anfang der zu jeder Gruppe von Spinddüsen führenden Zuflußleitung für das Kollodium befindet sich ein von

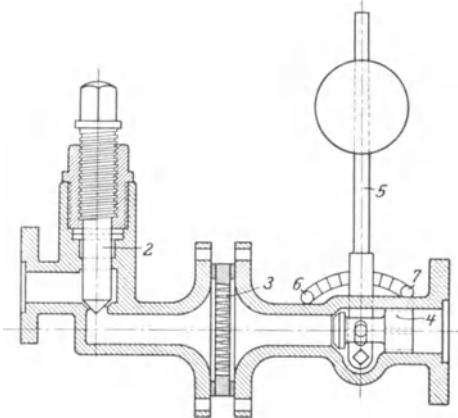


Fig. 105.

außen durch Gewinde einstellbares konisch zulaufendes Ventil (Fig. 105), hinter ihm ein Filter 3 und hinter diesem ein verschiebbares Ventil 4, welches außerhalb seines Gehäuses mit einem über eine Skala schwingenden Hebel 5 versehen ist. An den Enden der Skala sind Anschläge 6, 7, welche elektrisch eine Klingelleitung betätigen und dem bedienenden Arbeiter Veränderungen im Durchtritt des Kollodiums anzeigen.

Verfahren und Einrichtungen zum Denitrieren, Unverbrenlichmachen und sonstiger Nachbehandlung künstlicher Seide aus Nitrozellulose.

Auf Seite 3, 14, 15 und 28 ist bereits von dem Denitrieren der aus Nitrozellulose hergestellten künstlichen Seide gesprochen. Weitere auf das Denitrieren bezügliche Vorschläge sind folgende:

Nach Turgard.**108. H. D. Turgard, Nanterre, Frankreich.** Verfahren zum Denitrieren von Nitrozellulose.

Ver. St. Amer. P. 508 124; franz. P. 218 759.

Das bisher zum Denitrieren von Nitrozellulose verwendete Ammoniumsulfid und -hydrosulfid und die Alkalihydrosulfide geben durch Abscheidung von Schwefel leicht Veranlassung zur Fleckenbildung. Dies soll vermieden werden durch gleichzeitige Verwendung eines Metallsulfids, z. B. von Silbersulfid und Ammoniumhydrosulfid. Silbersulfid wird zu etwa 2 g im Liter in Ammoniumhydrosulfid gelöst, und die zu denitrierenden Nitrozellulosefäden werden bei nicht über 20° C in die Lösung eingebracht. Etwa eingetretene Färbung wird durch ein Bleichmittel, z. B. Wasserstoffsuperoxyd, beseitigt. Statt des Silbersulfids sind andere in Ammoniumhydrosulfid lösliche Sulfide verwendbar.

Nach Knöfler.

Abweichend von dem Bronnert-Schlumbergerschen¹⁾, dem Chardonnetschen²⁾ und dem Strehlenertschen Verfahren³⁾ wird hier Formaldehyd zur Denitrirung der aus Nitrozellulose hergestellten Fäden verwendet.

109. Dr. O. Knöfler, Charlottenburg. Verfahren zur Darstellung von Glühkörpern für Gasglühlicht.

D.R.P. 88 556 Kl. 26 vom 29. III. 1894 (gelöscht); brit. P. 11 038¹⁸⁹⁵; Ver. St. Amer. P. 593 106.

Der Lösung von Nitrozellulose in Ätheralkohol werden Salze der Leuchterden (Edelerden), am besten in Alkohol gelöst, zugesetzt. Nicht in Alkohol lösliche Verbindungen werden in feinsten Verteilung dem Kollodium zugesetzt. Das so erhaltene Gemisch von Kollodium mit anorganischen Salzen, dem nach Bedarf noch andere organische Stoffe fest oder gelöst zugesetzt werden (Zucker, Kampfer u. dgl.) wird unter Druck aus kapillaren Röhren ausgepreßt (u. U. durch Luftleere ausgesaugt) und der so entstandene Faden entweder in warmer Luft getrocknet oder durch Passierenlassen durch Wasser fixiert; besser noch geschieht die Fixierung durch Flüssigkeiten, die wie Benzol, Petroläther, Toluol, Schwefelkohlenstoff u. dgl. die Eigenschaft haben, den Alkohol und Äther zu extrahieren, ohne die im Faden enthaltenen anorganischen Salze herauszulösen. Man erhält so Fäden, die ohne weiteres aufgespelt, versponnen und verwebt werden können. Die Verbrennung solcher Fäden oder daraus hergestellter Gewebe o. dgl. geht nun aber, sofern nicht andere organische Stoffe wie Zucker, Kampfer und ähnliches beigemischt sind, so energisch vor sich, daß es schwer ist, gute, haltbare Glühkörper zu bekommen. Deshalb ist es notwendig, den Faden vorher zu denitrieren. Die hierzu bisher gebräuchlichen Reduktionsmittel, welche in wässriger Lösung zur Verwendung kommen, sind im vorliegenden Falle weniger geeignet, da durch das Wasser auch ein Teil der dem Faden einverleibten anorganischen Salze herausgezogen würde. Diesem Übelstande ließe sich dadurch begegnen, daß der oben genannten Fixierungsflüssigkeit (Benzin, Benzol u. dgl.) etwas Formaldehyd beigemischt würde, so daß Fixierung und Denitrirung gleichzeitig erfolgen. Besser ist es aber, die Denitrirflüssigkeit längere Zeit einwirken zu lassen und daher den einfachen oder versponnenen oder verwebten Faden länger in der genannten Denitrirflüssigkeit, in welcher auch der Formaldehyd durch ein anderes passendes Reduktionsmittel, z. B. Hydroxylamin u. a., ersetzt werden kann, liegen zu lassen.

Über ähnliche Verfahren vgl. die Ver. St. Amer. P. 365 832, 367 534, 430 508, 439 882, 516 079, 516 080 sowie die brit. P. 7429¹⁸⁹⁶, 12 056¹⁸⁹⁶, 26 381¹⁸⁹⁷, 3770¹⁸⁹⁸.

1) Siehe S. 45. — 2) Siehe S. 16. — 3) Siehe S. 48.

Nach Richter.

110. Dr. H. Richter, Berlin. Denitrierverfahren für verarbeitete Nitrozellulose.

D.R.P. 125 392 Kl. 29b vom 1. II. 1901 (gelöscht); brit. P. 12 695¹⁹⁰¹; österr. P. 13 163 Kl. 29b.

Die verarbeitete Nitrozellulose wird in saurer Lösung mit den Salzen der niederen Oxydationsstufe eines Metalls, welches auch höhere Oxydationsstufen bildet, behandelt. Als Metallsalz, welches sich für die Denitrierung der Nitrozellulose besonders eignet, hat sich Kupfer in seinen Oxydulverbindungen besonders bewährt. Namentlich wirkt Kuprochlorid und Kuprooxychlorid in saurer Lösung vollständig denitrierend. Außer den Kuprosalzen sind auch Ferro-, Mangano-, Chromo-, Stibio-, Stanno-, Quecksilberoxydul- und Kobaltosalze sowie die Ferro- oder Metalloxyanverbindungen verwendbar. Die Säuren, welche verwendet werden, sind je nach dem gewünschten Grade der Denitrierung und deren Verlaufe zu wählen. Von Einfluß für die Auswahl der Säuren ist auch die Natur der verwendeten Metallsalze. Bei Anwendung der Kuprosalze hat sich besonders Salzsäure als vorteilhaft erwiesen. Bei der Denitrierung können Lösungs- und Quellungsmittel der Nitrozellulose vorteilhaft zugesetzt werden, z. B. Alkohol, Äther, neutrale und saure Ester, Ketone, indifferente Kohlenwasserstoffe und deren Derivate (Chlor-, Nitro-, Aminverbindungen), Glycerin, Epichlorhydrin, Terpentin, Kautschuklösungen, Leim (besonders Fischleim) u. dgl. Durch derartige Zusätze wird die Denitrierung vollständiger und glatter, während die Faserfestigkeit, die sonst bei der Denitrierung meist leidet, erhalten bleibt. Ein besonderer Vorteil des Verfahrens besteht darin, daß die abgespaltenen Stickstoffverbindungen, namentlich das Stickstoffoxyd, die regenerierte Zellulose bleichen, und daß die Stickstoffverbindungen quantitativ regenerierbar sind. Die Säuremenge kann auf die zur Bildung der höheren Oxydstufe notwendige Menge beschränkt werden. Die Säure kann so schwach gewählt werden, daß die Faser nicht angegriffen wird. Es können auch Zusätze gemacht werden, welche die angewendeten Salze lösen. Bei Kuprosalzen können z. B. Alkalithiosulfate, Ammonsulfat, Chloralkalien, Erdalkalichloride, die Chloride des Eisens, Zinks und Mangans verwendet werden. Eine Bewegung der zu denitrierenden Nitrozellulose kann unterbleiben. Hierdurch wird die Wiedergewinnung der Stickstoffoxyde besonders vollständig erreicht. Die zur Denitrierung angewendeten Metalloxydulsalzlösungen können regeneriert werden, wobei es möglich ist, die zugesetzten Lösungs- und Quellungsmittel der Nitrozellulose unangegriffen zu erhalten, so daß sie immer wieder verwendet werden können. Bei Kuprolösungen kann die Regenerierung der aus den Denitriergefäßen abgelassenen Flüssigkeit, welche nun Kuprisalz enthält, durch Zusatz von Kochsalz und Einleiten von Schwefeldioxyd erfolgen. Die Regenerierung kann auch durch Zugabe von metallischem Kupfer geschehen. Eine andere Regenerierungsart besteht darin, daß das entstandene Oxydsalz durch die Oxydulverbindung eines anderen Metalles reduziert

wird, z. B. Kuprichlorid oder Stannichlorid durch Eisenchlorür. Auch weitere Verfahren sind anwendbar. Man kann z. B. das Metall elektrolitisch oder durch ein anderes ausscheiden, z. B. Kupfer durch Eisen, und in beliebiger Weise verwenden oder mit dem erhaltenen metallischen Kupfer neue Mengen Kuprichlorid reduzieren. Bemerkenswert ist, daß die nach dem vorliegenden Verfahren denitrierte Faser wasserbeständiger ist als die nach den bekannten Verfahren denitrierte. Vor der bekannten Denitrierung durch Schwefelalkalien hat das Verfahren den Vorteil, daß eine Schwefelablagerung auf der Faser ausgeschlossen, die Bewegung der zu denitrierenden Produkte nicht notwendig ist und eine völlig egale Färbung der Strähnen stattfinden kann.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Denitrierung von verarbeiteter Nitrozellulose, dadurch gekennzeichnet, daß die verarbeitete Nitrozellulose der Einwirkung von Metalloxydulsalzen, die in Metalloxydsalze überführbar sind, in saurer Lösung ausgesetzt wird, wobei die Verwertung der Stickstoffoxyde und die Regenerierung der Metallsalzlösungen stattfinden kann.

2. Die Ausführungsform des unter 1. geschützten Verfahrens, gekennzeichnet durch die Verwendung von Kuproverbindungen, namentlich Kuprochlorid oder Kuproxychlorid in salzsaurer Lösung.

3. Die Ausführungsform des unter 2. geschützten Verfahrens, gekennzeichnet durch Zusatz von Salzen, welche Kuproverbindungen zu lösen vermögen.

4. Die Ausführungsform des unter 1. bis 3. geschützten Verfahrens, gekennzeichnet durch einen Zusatz von Lösungsmitteln oder Quellungsmitteln für Nitrozellulose.

111. Dr. H. Richter, Berlin. Denitrierverfahren für verarbeitete Nitrozellulose.

D.R.P. 139442 Kl. 29b vom 7. VI. 1901, Zusatz zum D.R.P. 125 392 (gelöscht).

Durch weitere Versuche hat sich gezeigt, daß Kupferoxydul und seine Verbindungen nicht bloß in saurer Lösung die Nitrozellulose denitrieren. Im Hauptpatent (s. vorstehend) wurde ausgeführt, daß Kuproverbindungen sich auch deshalb besonders zur Denitrierung eignen, weil durch Anwendung von Lösungsmitteln für Kuproverbindungen die zur Denitrierung erforderliche Säure bis auf die theoretische Menge reduziert werden kann. Dieser Umstand ist von größter Bedeutung, da die Denitrierung um so schonender ist, je verdünnter die Säure ist. Es zeigte sich nun, daß die Säure, die zum Lösen der Kuproverbindungen gebraucht wird, vollständig durch Ammoniak abgesättigt werden kann, so zwar, daß die Denitrierung in ammoniakalischer Lösung vor sich geht. Ebenso lassen sich die Kuproverbindungen direkt in Ammoniak auflösen, worauf dann in dieser ammoniakalischen Lösung denitriert werden kann, da Kuproammoniumverbindungen leicht in Kupferoxydammoniak übergehen. Man nimmt z. B. auf 1 kg Kunstseide 1. etwa 2,5–6 kg Kupferchlorür (je nach dem Stickstoffgehalte der Nitrozellulose und dem Gehalte des verwendeten Kupferchlorürs an CuCl), 2. die 5–20fache Menge Ammoniak, je nach dessen Konzentrationsgrade und berechnet

auf das Gewicht des nach 1. angewendeten Kupferchlorürs. Wendet man Lösungsmittel für Kupferchlorür an, z. B. Kochsalz, Salmiak, Ammonsulfat usw., so nimmt man z. B. 5–10 kg Kochsalz und dann bis zur weiteren Lösung des Kupferchlorürs notwendige Ammoniakmenge, das sind etwa 5–12 kg Ammoniak, 3. fügt man so viel Wasser hinzu, daß die Gesamtlösung schließlich etwa 1–5% Ammoniak enthält. Die Denitriertemperatur richtet sich nach der Konzentration der Lösung und nach der gewünschten Beschaffenheit des Endproduktes und liegt etwa zwischen 20 und 80° C.

Patentansprüche: 1. Abänderung des Verfahrens des Patent 125 392 zur Denitrierung fertiger Nitrozelluloseprodukte durch Kupfer und seine Oxydulverbindungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Kuproverbindungen in ammoniakalischer Lösung bei oder ohne Gegenwart von metallischem Kupfer verwendet werden, wobei in sinngemäßer Abänderung die im Hauptpatente geschilderte Verwertung der Stickoxyde und Regenerierung der Denitrierlaugen stattfinden kann.

2. Ausführungsform des unter 1. geschützten Verfahrens, gekennzeichnet durch Zusatz der im Hauptpatente angeführten Salze, welche Kuproverbindungen zu lösen vermögen.

3. Ausführungsform des unter 1. und 2. geschützten Verfahrens, gekennzeichnet durch die im Hauptpatente angeführten Lösungs- und Quellungsmittel für Nitrozellulose.

Das Denitrieren von Nitrozelluloseseide mit Kupferchlorür in salzsaurer oder ammoniakalischer Lösung erwähnt auch das franz. P. 349 134 von L. Bergier.

112. Dr. H. Richter, Berlin. Denitrierverfahren für verarbeitete Nitrozellulose.

D.R.P. 139 899 Kl. 29 b vom 30. VII. 1901, Zusatz zum D.R.P. 125 392 (gelöscht).

Kuproverbindungen denitrieren nicht nur in saurer und ammoniakalischer Lösung, sondern stellen auch ohne Säure und ohne Ammoniak bei bloßer Gegenwart von Alkalichloriden, z. B. Chlornatrium, Chlorkalium, Chlorammonium u. a., ein gutes Reduktionsmittel für verarbeitete Nitrozellulose dar. Auf 1 kg Nitrozellulose, Kunstseide, Films usw. nimmt man z. B. 1. etwa 2,5–6 kg Kupferchlorür (je nach dem Stickstoffgehalt der Nitrozellulose und dem Gehalte des verwendeten Kupferchlorürs an CuCl); 2. 20–25 kg Kochsalz (bei Anwendung von Chlorammonium nur etwa 30 kg davon) und mindestens so viel Wasser, daß je nach der Temperatur der Denitrierlösung kein Auskristallisieren stattfindet. Die Temperatur kann auf etwa 20–100° C gehalten werden und richtet sich nach der gewünschten Beschaffenheit des denitrierten Produktes. Oder man nimmt auf 1 kg Nitrozellulose: 1. etwa 4–10 kg Kupferchlorid, gelöst in etwa 40–100 l Wasser; 2. etwa 20–30 kg Kochsalz oder etwa 20 kg Salmiak; 3. etwa 3–6 kg metallisches Kupfer. Die Temperatur kann zwischen 20–100° C gehalten werden.

Patentansprüche: 1. Abänderung des Verfahrens des Patent 125 392 zur Denitrierung fertiger Nitrozelluloseprodukte durch Kupferoxydulverbindungen, dadurch gekennzeichnet, daß Kuprosalze, beson-

ders Kupferchlorür, in Lösung von Alkalichloriden, Chlorammonium, Erdalkalichloriden oder ähnlichen Lösungsmitteln mit oder ohne Zusatz von metallischem Kupfer, aber ohne Zusatz von Säure und Ammoniak, fertig gebildet oder während ihrer Darstellungsweise zur Verwendung gelangen.

2. Ausführungsform des unter 1. geschützten Verfahrens, gekennzeichnet durch den Zusatz der im Hauptpatent angeführten Lösungs- und Quellungsmittel für Nitrozellulose.

3. Ausführungsform des im Hauptpatent angeführten Verfahrens zur Regenerierung der Kupferlösung und Nutzbarmachung der Stickoxyde bei den Verfahren nach 1. und 2. in sinngemäßer Anwendung¹⁾.

Nach Compagnie de la soie de Beaulieu.

113. Compagnie de la soie de Beaulieu, Beaulieu (Frankr.). Verfahren und Vorrichtung zum Denitrieren von Kunstseide.

D.R.P. 217 128 Kl. 29b vom 31. VII. 1907 (gelöscht); österr. P. 42 740; franz. P. 378 143; brit. P. 17 460¹⁹⁰⁷ (H. Diamanti).

Das Denitrieren von Kunstseide aus Nitrozellulose erfolgt bisher erst dann, wenn die Fäden gezwirnt sind. Da nun jeder gezwirnte Faden aus mehreren zusammengedrehten feineren Elementarfäden besteht, so bietet das Durchtränken eines solchen dicken Fadens Schwierigkeiten. Außerdem hat das Zwirnen der Elementarfäden den Nachteil, daß die Nitrozellulose bei diesem Vorgang eintrocknet und undurchlässig wird. Das Eindringen der denitrierenden Flüssigkeit in die Fäden wird dadurch erschwert. Diese Übelstände werden dadurch beseitigt, daß die Denitrierung vor dem Zwirnen der Fäden vorgenommen wird, so daß sie sich der denitrierenden Flüssigkeit als noch feuchtes Gespinnst darbieten, dessen einzelne Fasern dem Eindringen der Flüssigkeit und demzufolge der Durchtränkung keinerlei Hindernis entgegensetzen. Zur Ausübung des neuen Verfahrens wird ein Apparat verwendet, der zweckmäßig in der aus Fig. 106 ersichtlichen Weise eingerichtet ist. Zur Aufnahme der ungezwirnten Zellulosefäden dienen Hohlspuln *a*, die mit Durchlochungen für den Hindurchtritt der denitrierenden Flüssigkeit versehen sind. Die Hohlspuln sind zwischen Platten *b* eingespannt, die zu diesem Zweck auf beiden Seiten mit kegelförmigen Versenkungen versehen sind, die miteinander kommunizieren. Die Platten sind im Behälter *e* übereinander angeordnet und erhalten durch senkrechte Balken *d* die erforderliche Führung. Die Verbindung zwischen den Platten *b* und den Balken *d* ist so getroffen, daß behufs Einsetzung und Herausnahme der Spuln *a* alles leicht auseinandergenommen werden kann. Der durch die Platten *b* und die Balken *d* gebildete Block ruht im Behälter *e* auf Holzleisten *f*, die mit gleichzeitig abdichtend wirkenden Gummipolstern *g* überdeckt sind. Die Leisten *f* halten die untersten Platten *b* in einem gewissen Abstände vom Behälterboden, so daß zwischen beiden ein freier Raum

¹⁾ E. Herzog teilte 1903 mit, daß das Richtersche Verfahren von der Kunstfäden-Gesellschaft in Jülich ausgeübt werde (Bericht über den V. internat. Kongr. f. angew. Chem. in Berlin, Bd. II, S. 933).

für den Zutritt der denitrierenden Flüssigkeit verbleibt. Die abdichtenden Gummipolster *g* verhindern das seitliche Entweichen der Flüssigkeit, so daß diese gezwungen wird, ihren Weg durch die Spulen zu nehmen. Zum Anpressen des aus den Platten *b* und den Balken *d* gebildeten Blockes gegen die Gummipolster *g* dient ein Querstück *h*, das in schräger Lage in Einschnitte eingeführt wird, die an den Innenflächen zweier gegenüberliegender Behälterwandungen vorgesehen sind. Durch Geraderichten des Querstückes *h* wird sein fester Halt gesichert. Eine in der Seitenwandung des Behälters befindliche Glasscheibe gestattet, den Denitrierungsvorgang zu verfolgen.

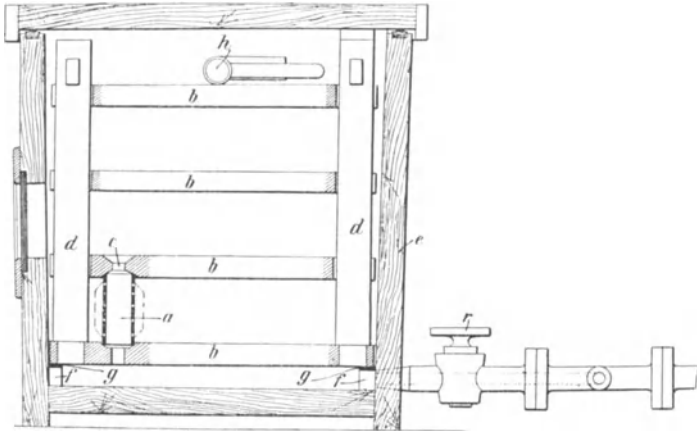


Fig. 106.

Bevor die denitrierende Flüssigkeit in den Behälter *e* eingelassen wird, pumpt man ihn luftleer, dann öffnet man den Hahn *r*, worauf die denitrierende Flüssigkeit sofort einströmt, und zwar füllt sie zunächst den zwischen dem Behälterboden und den untersten Platten *b* vorhandenen Raum aus. Da die Flüssigkeit infolge der abdichtenden Gummipolster *g* seitlich nicht entweichen kann, so bleibt ihr kein anderer Weg offen, als der Zutritt zum Innern der Spulen *a*. Ist nun das Innere der Spulen gefüllt, so wird die Flüssigkeit durch das im übrigen Behälterraum noch vorhandene Vakuum durch die Spulendurchlochungen sowie das darauf befindliche Gespinst von innen nach außen hindurchgezwungen, so daß dieses gleichmäßig durchtränkt wird. Ist der Behälter vollständig mit Flüssigkeit angefüllt, so öffnet man einen an seiner Decke befindlichen Hahn, worauf die Flüssigkeit durch den unteren Hahn *r* zurückströmt, indem sie auf dem umgekehrten Wege die aufgespulten Fasern nochmals durchzieht. Der beschriebene Vorgang kann beliebig oft wiederholt werden. Auch können mehrere Behälter der beschriebenen Art zu einer Batterie vereinigt werden. Nach beendigter Denitrierung wird durch eine besondere Leitung von oben her Wasser in den Behälter eingeleitet. Dieses Wasser dient zu Auswaschen und läuft unten wieder ab.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Denitrieren von Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß die zu denitrierenden Nitrozellulosefäden in ungezwirntem Zustande, d. h. als Gespinst und nachdem sie zuvor von der in ihnen enthaltenen Luft befreit worden sind, der Einwirkung der denitrierenden Flüssigkeit unterworfen werden.

2. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die in an sich bekannter Weise auf durchlochenden Hohlpulven befindlichen Zellulosefäden zwischen in einem Behälter (*e*) angeordneten Platten (*b*) eingespannt sind, von denen die unterste in einem gewissen Abstände vom Behälterboden auf Leisten (*f*) ruht und mittels eingeschalteter Gummipolster (*g*) seitlich so abgedichtet ist, daß nach Bildung von Luftleere im Behälter die Flüssigkeit gezwungen wird, beim Zuströmen die Spulen und die darauf befindlichen luftfrei gemachten Nitrozellulosefäden von innen nach außen, beim Abströmen dagegen unter gleichzeitiger Richtungsumkehrung von außen nach innen zu durchziehen.

Nach Bernstein.

114. A. Bernstein, Berlin. Vorrichtung zum Denitrieren von Kunstseide.

D.R.P. 232 373 Kl. 29a vom 15. III. 1910 (gelöscht).

Das Ziel der mechanischen Behandlung bei der Denitrierung ist immer, die Strähne in gleicher Weise der chemischen Wirkung der Lösung auszusetzen und durch Veränderung in der Lage der Strähne ein Erschöpfen der Einwirkung der Lösung an den Berührungstellen der Strähne zu verhindern. Dies geschieht bisher meistens durch Handarbeit, indem man die Strähne auf dicken Glasstäben aufhängt, welche quer über den Denitrierkasten gelagert sind, und die von Zeit zu Zeit in entsprechender Weise bewegt werden. Die nachfolgend beschriebene Anordnung hat den Zweck, die Handarbeit durch eine mechanische Vorrichtung zu ersetzen, was um so wünschenswerter ist, weil sich bei der Denitrierung Gase entwickeln, welche der Gesundheit der Arbeiter schädlich sind.

Die neue Vorrichtung beruht auf dem Prinzip des mechanischen Umziehens der Garnsträhne, wie dies in der Färberei von Garnsträhnen an und für sich gebräuchlich ist. Bei diesen Vorrichtungen aber wurden die Garnsträhne ganz oder teilweise aus der Flotte herausgezogen. Dies ist aber bei Denitriervorrichtungen deswegen nicht möglich, weil sich bei der Denitrierung giftige Gase entwickeln und auch die Flüssigkeit durch das intermittierende Heraus- und Hereinbewegen der Strähne in die Flüssigkeit und die hierdurch hervorgerufene innige Berührung mit der Luft Schaden erleiden würde. Nach der Erfindung werden die Garnsträhne über ständig in dem Trog gelagerte Walzen gehängt, die aber nicht aus der Flüssigkeit behufs Bewegung der Garnsträhne herausgehoben werden. Die Bewegung der Garnsträhne geschieht vielmehr durch ein bewegliches Walzenpaar, durch welches die Strähne hindurchgehen, und das in einem Pendel derart gelagert ist, daß es bei der einen

Bewegungsrichtung des Pendels die Strähne erfaßt und über die ständig im Trog verbleibende Walze weiter zieht, während bei der anderen Bewegungsrichtung des Pendels die Strähne unbeeinflusst bleiben.

Fig. 107 ist ein Längsschnitt durch einen Teil des Denitrierkastens, Fig. 108 derselbe mit veränderter Lage der Strähne, Fig. 109 ein Querschnitt durch den Kasten, Fig. 110 eine Einzelheit. *A* und *B* sind zwei Glaswalzen, über welche eine Anzahl von Strähnen geschoben

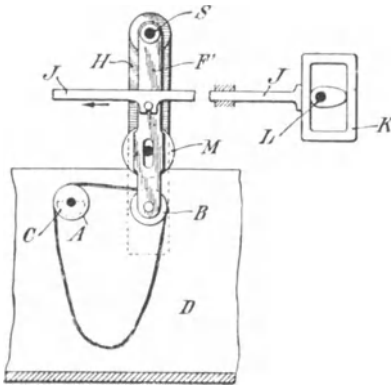


Fig. 107.

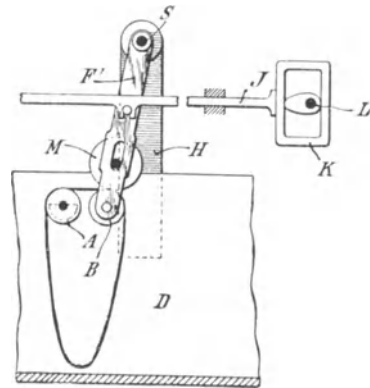


Fig. 108.

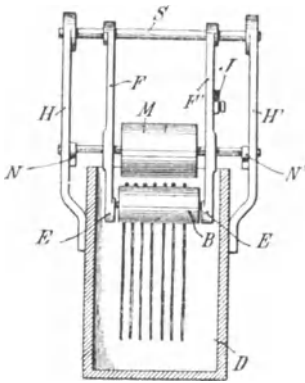


Fig. 109.

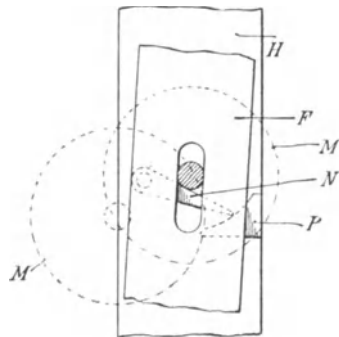


Fig. 110.

werden, ehe die Walzen in den Kasten gelegt werden. Nach dem Einsetzen befindet sich *A* in oben offenen Lagern *C*, welche an den Längswänden des Kastens *D* befestigt sind. Die Walze *B* gelangt ebenfalls in oben offene Lager *E* (Fig. 109), welche das untere Ende der beiden Pendel *F* und *F*¹ bilden. Die Pendel sind oben an einer Welle *S* befestigt, deren Lager von den Stützen *H* und *H*¹ gebildet werden, die an der Außenwand des Kastens *D* befestigt sind. Die Bewegung der Pendel geschieht durch eine Schubstange *J*, die sich geradlinig in Führungen

bewegt und an einem Ende mit einem rechteckigen Rahmen K versehen ist, der seine hin- und hergehende Bewegung von einem Exzenter erhält, das auf der Antriebswelle L gelagert ist. Aus dieser Anordnung geht hervor, daß die Pendel von Zeit zu Zeit eine kurze Bewegung in der Längsrichtung des Kastens machen und die in den Pendeln gelagerte Walze B sich einmal der Walze A nähert und dann wieder von ihr entfernt. Die Endstellungen der Walze B sind in den Fig. 107 und 108 angegeben. Oberhalb der Walze B befindet sich eine andere Glaswalze M , welche in der Längsrichtung des Pendels eine kurze Bewegung ausführen kann. Zu diesem Zweck sind die Pendel F und F^1 mit kurzen Schlitzfenstern versehen, in denen sich die Zapfen der Walze M auf- und niederbewegen können. Diese Verschiebung der Walze M wird durch Knaggen N und N^1 bewirkt, welche an der Innenseite der Stützen H und H^1 drehbar gelagert sind. Zur besseren Klarstellung dieses Vorganges ist dieser Teil der Anordnung in Fig. 110 in vergrößertem Maßstab gezeigt. Bei der Bewegung des Pendels aus der Stellung Fig. 107 in die Stellung Fig. 108 befindet sich der Zapfen der Walze M oberhalb des Knaggens N , wie in Fig. 110 angegeben. Die Walze M ist also von der Walze B entfernt. Sobald das Pendel die Stellung Fig. 108 angenommen hat, fällt der Zapfen der Walze M über den Anlenkpunkt des Knaggens herab, und die Walze M fällt auf die Walze B , um durch ihr Eigengewicht die Strähne an der Walze B festzuhalten. Bei der darauffolgenden Bewegung des Pendels aus der Stellung Fig. 108 in Fig. 107 bleibt die Walze M bis nahe dem Ende der Bewegung in ihrer Lage unverändert und wird dann von der Walze B dadurch abgehoben, daß ihre Zapfen auf den Keilen P hochlaufen; diese Keile sind mit den Stützen H und H^1 befestigt, und die Knaggen ruhen so auf ihnen auf, daß die Zapfen unter den Knaggen, diese hebend, hinweggehen, um dann beim Schwingen in der anderen Richtung über sie hinwegzulaufen. Der Erfolg ist, daß beide Walzen B und M die dazwischengeklemmten Strähne mitnehmen, wobei die Walze A in Drehung gelangt. Bei der jedesmaligen Bewegung des Pendels aus der schrägen in die vertikale Stellung werden also die Strähne um ein bestimmtes Stück über die Walze A gezogen und gelangen so im Laufe der Zeit gleichmäßig unter die Einwirkung der Denitrierlösung. Gleichzeitig bewirkt die pendelnde Bewegung der Walze B eine Bewegung der Strähne in der Längsrichtung des Kastens und eine Bewegung der Denitrierflüssigkeit. Die Denitrierkästen sind etwa 6 m lang, und die beschriebene Anordnung wird mehrfach der Länge nach im Kasten angebracht. Alle Pendel werden gleichzeitig durch die Zugstange J in Bewegung gesetzt.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Denitrieren von Kunstseide, gekennzeichnet durch die Anwendung einer am Gestell festgelagerten Walze und eines beweglichen Walzenpaares, das in einem Pendel derartig gelagert ist, daß beide Walzen bei einer Bewegungsrichtung des Pendels die Strähne erfassen und über die festgelagerte Walze ziehen und bei der anderen Bewegungsrichtung des Pendels die Strähne freigeben.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Walzenpaar durch ein im Gestell drehbar gelagertes, das Walzenpaar mit seinen freien Enden tragendes Pendel bewegt wird und das zeitweise Abheben der zu diesem Zweck in einem Schlitz des Pendels gelagerten Walze dadurch geschieht, daß die Zapfen der Walze durch im Gestell drehbar gelagerte und gegen im Gestell befestigte Keile aufliegende Knaggen geführt werden.

Nach Société anonyme pour l'étude industrielle de la soie Serret.

115. Société anonyme pour l'étude industrielle de la soie Serret. Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 369 170.

Nitrozellulosefäden werden in den üblichen Denitrierbädern behandelt, aber nicht vollständig denitriert, sondern nur solange, bis sie in Ätheralkohol oder einem anderen Lösungsmittel, das zur Herstellung des Kollodiums gedient hat, nicht mehr löslich sind. Danach werden sie mit Aluminiumchlorid imprägniert oder einem anderen Salz, das durch die Salpetersäureelemente der Fäden zersetzt wird. Dadurch wird der Faden unverbrennlich und soll durch Wasser nicht beeinflußt werden.

Um die Denitrierung der Nitrozelluloseseide, die einen Gewichtsverlust von etwa 33% zur Folge hat, zu umgehen, trotzdem die Seide unverbrennlich zu machen und ihre Widerstandsfähigkeit gegen Wasser, ihren Glanz und ihre Festigkeit zu erhalten, setzt A. Dubosc dem Kollodium Lösungen von Salzen zu, die beim Erhitzen nicht brennbare Gase entwickeln. Er nennt Ammoniumchlorid, Doppelchloride von Ammoniak und Metallen, Ammoniumborate und Doppelborate von Ammoniak und Zink, Ammoniumphosphate und -doppelphosphate, Ammoniumzinkate, -doppelzinkate, -sulfozinkate und -chlorzinkate. Besonders energisch wirkt das Doppelchlorid von Ammoniak und Zink (Bull. de la Soc. industrielle de Rouen 1908, S. 471—472).

Gleichfalls ohne Behandlung mit Reduktionsmitteln setzen die folgenden Verfahren die Entzündlichkeit der Kollodiumseide herab:

Nach Germain.

116. P. Germain. Unentflammbare und undurchlässige Kunstseide.

Franz. P. 360 396.

Die zu behandelnde Kunstseide wird mit feuersichernden Salzen (Ammoniumphosphat oder -bikarbonat, Magnesiumbikarbonat u. a.) und mit einer Zelluloid- oder Nitrozelluloselösung, die Kampfer oder Naphthalin enthält, überzogen.

Nach Plaisetty.

117. A. M. Plaisetty, Paris. Herstellung nichtentzündbarer Nitrozellulose.

Brit. P. 9087¹⁹⁰⁰.

Erfinder erreicht die Unentflammbarkeit der Nitrozellulose durch Zusatz von Aluminiumsalzen. Und zwar setzt er entweder der Nitro-

zellulose direkt konzentrierte Aluminiumsalzlösungen (Nitrat oder Chlorid) zu und löst dann in den gebräuchlichen Lösungsmitteln, z. B. Essigäther, oder er nimmt ein wasserfreies Tonerdesalz, löst es in Alkohol und mischt dazu das Lösungsmittel für die Nitrozellulose. Die aus dem so hergestellten Kollodium erzeugte künstliche Seide bedarf keiner Denitrierung. Zweckmäßig behandelt man die Fäden, bevor sie getrocknet werden, mit Ammoniak, wodurch ein großer Glanz erzielt wird. Gleichzeitig wird durch diese Behandlung die Faser für das spätere Färben gebeizt. (Vgl. hierzu franz. P. 478 461, S. 33).

Über das Un- oder Schwerverbrennlichmachen von Nitrozellulose durch Aluminiumsalze vgl. auch franz. P. 328 054.

Hier sei noch ein Präparat erwähnt, welches dazu dienen sollte, die Chardonnet-Seide unentzündlich zu machen. Es war dies das

118. Antiphlogine Planté (franz. P. 224 837 und 228 705 vom Jahre 1893). Nach einer Notiz der Leipziger Monatsschr. f. Textil-Industrie 1893, S. 620 wird das Präparat folgendermaßen dargestellt: 7 g Borsäure und 70 g phosphorsaures Ammoniak werden in 900 g Wasser von 40–45° C gelöst. Nach dem Erkalten werden 10 g Essigsäure zugesetzt. In das Gemisch wird die gefärbte künstliche Seide eingetaucht. Außer der Entzündlichkeit soll durch diese Behandlung die Kunstseide auch ihre Brüchigkeit verlieren (?).

Um die aus Kunstseide hergestellten Stoffe weniger entzündlich zu machen, hat man noch vorgeschlagen, sie mit Wasserglaslösung zu behandeln.

Nach Wislicki.

119. F. Wislicki, Tubize, Belgien. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Kollodium.

D.R.P. 247 095 Kl. 29b vom 24. III. 1910; österr. P. 54 575; franz. P. 427 694.

Die Mängel der künstlichen Seide, nämlich geringe Haltbarkeit und mangelnde Homogenität beim Färben, sind bekannt. Die Verwendung der aus Kollodium hergestellten Seide ist außerdem durch einen rauhen und wenig seidenartigen Griff beeinträchtigt.

Der Erfinder hat ein Verfahren ermittelt, durch welches er künstliche Seide ohne die angeführten Übelstände erhalten kann. Er hat festgestellt, daß, wenn man die nicht denitrierte Seide in Wasser erhitzt, die Beschaffenheit der fertigen, also nach der vorliegenden Behandlung in einer gesonderten Operation denitrierten Seide verändert wird. Weitere Untersuchungen haben dann gezeigt, daß diese Änderung der Beschaffenheit noch viel schneller und wesentlich vollständiger eintritt, wenn man dem Wasser wechselnde Mengen gewisser Körper, z. B. Säuren, hinzugibt. Die angeführten Änderungen der Beschaffenheit treten ein, wenn man die angeführte Behandlung entweder auf Kollodiumwolle oder auf nicht denitrierte Seide oder auf beide anwendet. Das vorliegende Verfahren muß vor der Denitrierung ausgeführt werden. Die benutzten Säuren werden in solchen Stärken angewendet, daß keine denitrierende Wirkung eintritt. Auf die Behandlung nach dem vorliegenden Verfahren muß daher eine gesonderte Denitrierung folgen.

Die praktische Ausführung der Erfindung besteht darin, daß man die nicht denitrierte Seide bei einer passenden Temperatur und während einer gewissen Zeit der Wirkung eines sauren Bades aussetzt. Die saure Reaktion kann durch Zusatz einer Mineralsäure, wie Schwefel- und Salzsäure, oder durch Zusatz einer organischen Säure, wie Ameisen-, Essig-, Oxalsäure, aromatischen Sulfosäure usw., durch ein saures Salz, wie Kalium- oder Natriumbisulfat, Aluminiumchlorid, oder durch Gemische der angeführten Stoffe erzeugt werden. Wenn man der Flüssigkeit bestimmte Salze oder Körper, die leicht Sauerstoff abgeben, wie z. B. Kaliumchlorat, Wasserstoffsperoxyd od. dgl. zugibt, so tritt die Einwirkung nicht nur schneller ein, sondern die Seide bleicht sich nach der Denitrierung auch besser und leichter. Beispiel: Die nicht denitrierte, für die Denitrierung fertige Seide wird in passender Weise in die Behandlungsflüssigkeit gebracht. Die Flüssigkeit enthält auf 11 Wasser 5—100 g Schwefelsäure. Die Temperatur der Flüssigkeit wird während ungefähr 6 Stunden auf 70° C gehalten. Nach dem Dekantieren wird die Seide gründlich gewaschen und hierauf der Denitrierung unterworfen, worauf die Fertigstellung in der üblichen Weise erfolgt. Der angegebenen Behandlungsflüssigkeit kann auch eine geringe Menge von Kaliumchlorat, beispielsweise $\frac{1}{10}$ der verwendeten Schwefelsäuremenge, zugesetzt werden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Kollodium, dadurch gekennzeichnet, daß die Kollodiumwolle für die Herstellung der Seide oder die nicht denitrierte Seide oder beide in Wasser bei passender Temperatur erhitzt werden.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem Wasser eine saure Reaktion durch eine Denitrierung nicht herbeiführende, anorganische oder organische Säuren, saure Salze oder eine Mischung der angeführten Stoffe gegeben wird.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Flüssigkeit eine Denitrierung nicht herbeiführende, sauerstoffabgebende Körper zugesetzt werden.

Vgl. hierzu das D.R.P. 255 067, S. 44.

Als Nachbehandlungsverfahren ist noch folgendes zu erwähnen:

Nach A. Loncle und H. Chartrey.

120. A. Loncle und H. Chartrey.

Man behandelt die künstliche Seide mit einem Gemisch aus gleichen Teilen Schwefeläther und Methylalkohol, dem man 1% Aceton zugesetzt hat. Man läßt die Fäden 17 Stunden in dieser Mischung und trocknet danach an der Luft. Das Verfahren soll eine ganz außerordentliche Zunahme der Festigkeit der Seide zur Folge haben¹⁾.

Über Bleichen und Trocknen von Nitrozellulosekunstseide vgl. A. Dulitz, Chem.-Ztg. 1911, S. 189.

¹⁾ Moniteur de la teinture Bd. 41, S. 66.

Nach Chardonnet.

121. Graf H. de Chardonnet, Paris. Behandlung künstlicher Seide mit Flüssigkeiten.

Brit. P. 10 858¹⁹¹⁵; schweiz. P. 74 318; D.R.P. 327 323 Kl. 29a vom 27. VII. 1915 (gelöscht), (Prior. Frankreich vom 1. VIII. 1914); österr. P. 81 418; franz. P. 478 404.

Gegenstand des Patentes ist eine Vorrichtung, in welcher Fäden aus Kollodium od. dgl. zum Zwecke des Denitrierens, Bleichens, Färbens usw. mit Reagenzien behandelt werden sollen. Und zwar ist Gegenstand der Erfindung zunächst eine Spule, auf die die von der Zwirnvorrichtung kommenden Fäden aufgewunden werden, und die, während der Faden auf der Spule ist, durch Entfernung einzelner Teile so umgestaltet werden kann, daß die Behandlungsflüssigkeit genügend Zutritt zu den Fäden findet. Ferner bezieht sich die Erfindung auf eine Vorrichtung zur Behandlung der bewickelten Spulen, die aneinandergereiht sich auf einer Spindel befinden und mit dieser in rasche Umdrehung versetzt werden, mit Flüssigkeiten. Die Spule nach Fig. 111 und 112 besteht aus einem Kern *A* mit zentraler Bohrung *a* und zwei Reihen radialer Arme, die in gekrümmten Spitzen *b* und in geraden Spitzen *b*¹ endigen, welche die aufgespulte Fadenmasse während der Behandlung mit Flüssigkeiten festhalten. In der Bohrung *a* sitzt die Achse *B*, sie endet in Zapfen *c*, die in Trägern der Zwirnvorrichtung laufen. Die gekrümmten Spitzen *b*, die scharf und genau parallel mit der Achse sein sollen, sind dauernd mit dem Kern *A* in Verbindung, dagegen werden die anderen radialen Arme, die ringförmigen metallenen Endscheiben *E* und in der Längsrichtung der Spule angeordnete hölzerne Leisten *F*, die in Löcher *h* der Endscheiben *E* eingreifen, beim Abspulen und mit Ausnahme der

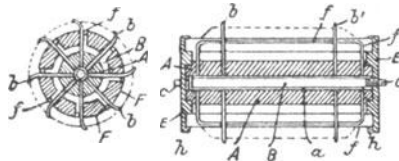


Fig. 111.

Fig. 112.

radialen Arme mit den geraden Spitzen *b*¹ während der Behandlung mit Flüssigkeit entfernt. Die Parallelstäbe *f* sind mit Gummi überzogen oder aus Glas, emailliertem Metall oder einem anderen Stoff hergestellt, der durch die verwendeten Flüssigkeiten nicht angegriffen wird. Mit Flüssigkeiten können die Spulen in geeigneter Isolierung auf Trägern in einer Schleudermaschine behandelt werden, die mit Flüssigkeitsumlauf versehen ist. Ein langer wasserdichter Behälter Fig. 113 ist durch Scheidewände in senkrechte runde oder vieleckige Fächer *H* ab-

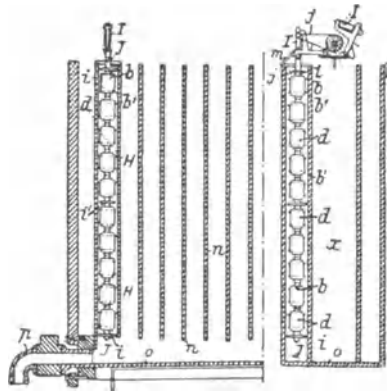


Fig. 113.

Fig. 114.

radialen Arme mit den geraden Spitzen *b*¹ während der Behandlung mit Flüssigkeit entfernt. Die Parallelstäbe *f* sind mit Gummi überzogen oder aus Glas, emailliertem Metall oder einem anderen Stoff hergestellt, der durch die verwendeten Flüssigkeiten nicht angegriffen wird. Mit Flüssigkeiten können die Spulen in geeigneter Isolierung auf Trägern in einer Schleudermaschine behandelt werden, die mit Flüssigkeitsumlauf versehen ist. Ein langer wasserdichter Behälter Fig. 113 ist durch Scheidewände in senkrechte runde oder vieleckige Fächer *H* ab-

geteilt und in der Mitte ist ein Kühl- oder Heizraum x angeordnet (Fig. 114). Der von einer Spule in einem Fach H eingenommene Raum soll der Flüssigkeitsmenge entsprechen, die zur Behandlung der auf der Spule befindlichen Fadenmenge erforderlich wäre. Die auf der Spindel J angeordneten Spulen werden durch Scheiben i oben und unten in Abstand von der Wand gehalten und ähnliche Scheiben i^1 werden in der Mitte der Spulenreihe angeordnet, um zu verhindern, daß die Spitzen b , b^1 mit den Wänden des Faches H in Berührung kommen. Die Spindeln j hängen während der Behandlung mit der Flüssigkeit an senkrechten Rollen I , die über den Fächern eingestellt sind. Diese Rollen werden durch Riemen oder Schnuren von einer in der Mitte angeordneten Walze aus angetrieben. Während der Behandlung hält ein Haken oder Halter m den die Rollen I tragenden Rahmen fest. Die Scheidewände n , welche die Fächer H abteilen, reichen nicht bis an den Boden des Behälters, stehen also miteinander in Verbindung und können über den geneigten Boden und den Hahn p entleert werden. Durch den raschen Umlauf der Spindeln mit den Spulen können diese sich richtig in der Mitte der Fächer einstellen. Die zu verwendende Flüssigkeit wird zugeführt, verbraucht und läuft, nötigenfalls nach Umlauf, ab, danach wird gewaschen und teilweise durch Schleudern getrocknet. Dann werden die Spindeln aus der Vorrichtung herausgenommen und die Arme mit den geraden Enden b^1 werden entfernt. Von den senkrecht stehenden Spulen wird der Faden in nahezu senkrechter Richtung abgezogen, dabei wird er durch eine Kappe von den Spitzen b ferngehalten. Wird nur mit geringen Fadenmengen gearbeitet, so wird nur ein Fach H auf einmal benutzt, es wird isoliert und hat seinen eigenen Auslaß p . In solchem Falle wird seitlich ein Rohr angeordnet, welches oben und unten in dem Fach H endet und durch das Mittelfach X geht. Ferner werden die Scheiben i und i^1 durch andere ersetzt, welche propellerartig angeordnete Flügel haben und den Umlauf der Flüssigkeit durch das Fach und das erwähnte Rohr durch die Umdrehung der Spindel J bewirken. Wird die Vorrichtung in einzelnen Fächern zum Färben benutzt, so werden diese durch derartige Röhren miteinander in Verbindung gebracht, und die Färbeflüssigkeit wird durch die Rohre in Umlauf gesetzt.

Das D.R.P. hat folgende Patentansprüche:

1. Das Verfahren zur Behandlung von Fadengut, insbesondere Kunstseidefäden, mittels Flüssigkeiten zwecks Denitrierens, Bleichens, Färbens oder Waschens der Fäden unter der Wirkung der Zentrifugalkraft, dadurch gekennzeichnet, daß die mit einem großen Hohlraum ausgestatteten und an ihren Enden offenen, auf einer frei hängenden Spindel aufgereihten Spulen in Abteilungen eines Behälters, die gerade die zur Behandlung des Satzes Spulen erforderliche Flüssigkeitsmenge enthalten, in rasche Umdrehung versetzt werden.

2. Maschine zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der gegebenenfalls mittels Dampf oder auf andere Weise zu beheizende Flüssigkeitsbehälter mit in Reihe nebeneinander liegenden senkrechten Abteilungen versehen ist, deren kreisförmiger oder vieleckiger Querschnitt so bemessen ist, daß die Ab-

teilungen gerade die erforderliche Menge Reaktionsflüssigkeit fassen, um die auf eine in Drehung versetzte Welle aufgereihten, in die Abteilungen frei herabhängenden Spulen zu behandeln, während das drehbare System sich in der Mitte der Abteilungen einstellen kann.

3. Maschine nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß jede senkrechte von einem gemeinsamen Antrieb in Drehung versetzte Antriebsrolle der die Spulen tragenden Wellen in einem um Scharniere schwingbaren Rahmen gelagert ist, wodurch ermöglicht ist, nach Entfernung eines Splintes oder anderen leicht lösbaren Verbindungsorgans diese Rollen seitwärts zu schwingen und die in die Abteilungen eingehängten Spulen leicht auszuwechseln.

4. Maschine nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die verschiedenen Abteilungen in ihrem unteren Teil miteinander in Verbindung stehen und der Boden geneigt ist, so daß die Reaktionsflüssigkeit aus sämtlichen Abteilungen schnell entfernt werden kann.

5. Maschine nach Anspruch 2, bei der die senkrechten Abteilungen für die Flüssigkeit voneinander getrennt sind, während jede Abteilung für sich mit einem äußeren oben und unten in sie mündenden und zweckmäßig in einem inneren mit warmem Wasser gefüllten Behälter gelagerten Rohr ausgestattet ist, um die gleichmäßige Beschaffenheit der Flüssigkeit durch ihren in senkrechter Richtung erfolgenden Umlauf im Inneren der Abteilung und in diesem äußeren Rohr zu sichern, wobei die Bewegung der Flüssigkeit durch Flügelräder bewirkt wird, die auf der den Spulensatz tragenden Stange sitzen, die in der Abteilung aufgehängt ist und in dieser sich dreht.

6. Spule zur Ausführung der Behandlung von Fadenmaterial in der Maschine nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der längsdurchbohrte Kern der Spule zwei oder mehrere Kränze radial gerichteter, glatter und an ihren äußeren Enden zugespitzter Stifte zum Festhalten der aufgewickelten Fäden trägt, wobei die in dem Kern dauernd befestigten Stifte des einen Kranzes zwecks Erleichterung des Abwickelns des Fadens nach einer Seite in der Umfangsrichtung gebogen sind, während die übrigen Stifte vor dem Abwickeln entfernt werden können. (9 Zeichnungen.)

Über Denitrieren in Verbindung mit Lösungsmittelwiedergewinnung s. unten.

Vgl. ferner über Denitrierung A. Dulitz, Chem.-Ztg. 1910, S. 989. Und über die Explosion schlecht denitrierter Kunstseide beim Bügeln s. Deutsche Färber-Ztg., 46. Jahrg., S. 649.

Über Reduzieren polysulfidhaltiger Denitriererlaugen s. D.R.P. 279 310, S. 574.

Nach Delpech.

122. J. Delpech. Verfahren zum Denitrieren und Appretieren (Encollage) von Seide.

Franz. P. 576 614 vom 30. III. 1923.

Nach dem Denitrieren, das die Seide gelb macht, behandelt man mit einem 1proz. Seifenbade und danach mit einem sauren Permanganat-

bade. Die aus der Seife abgeschiedenen Fettsäuren werden gebleicht, verkleben die Fäden leicht und beeinträchtigen die Farbe nicht. Das Denitrieren erfolgt auf großen Haspeln, welche Stäbe mit Zähnen oder Einschnitten haben. Durch diese Zähne wird das Verrutschen der aufgewickelten Stränge bei der Bewegung der Haspel verhindert. (5 Zeichnungen.)

Nach dem

123. Zusatzpatent 28 943 vom 14. XI. 1923

wird zur Herstellung von Ecruseide nicht gebleicht, sondern es werden die von der Denitrierung herrührenden Spuren Sulphydrate durch ein verdünntes Säurebad entfernt, worauf gewaschen und geseift wird.

124. J. Delpech, Rennes. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellosenitrat, Behandeln von Garnen und Fäden mit Flüssigkeiten.

Brit. P. 229 025 vom 24. XI. 1923.

Nitrozelluloseseide wird nach dem Denitrieren mit einem Säurebade behandelt, um alle Spuren der Denitrierlösung zu entfernen. Sie wird dann gewaschen und geseift und schließlich auf Spulen gewickelt oder in Strangform gebracht. Sie ist dann fertig und braucht nicht gebleicht zu werden.

125. J. Delpech. Denitrierung und mechanische Endbehandlung von Kunstseiden.

Franz. P. 580 635 vom 21. VII. 1923.

Die Kunstseide wird in Form möglichst langer Strähne denitriert, abgehaspelt und gereinigt, indem man sie durch einen engen Spalt gehen läßt.

Verfahren und Einrichtungen zur Wiedergewinnung der bei der Herstellung künstlicher Seide aus Nitrozellulose verwendeten Lösungsmittel, sonstiger Chemikalien und Filterstoffe, Abwasserreinigung.

Auf die Wichtigkeit der Wiedergewinnung der bei der Herstellung von Kunstseide aus Nitrozellulose benutzten Lösungsmittel ist bereits von Chardonnet hingewiesen worden (s. S. 8). Weitere Vorschläge in dieser Richtung sind folgende gemacht:

Nach Denis.

126. J. M. A. Denis, Reims (Frankr.). Vorrichtung zur Wiedergewinnung der Lösungsmittel der Nitrozellulose für Maschinen zum Spinnen von Kollodiumseide.

D.R.P. 165 331 Kl. 29 b vom 23. IV. 1904 (gelöscht); franz. P. 341 173; schweiz. P. 33 571; Ver. St. Amer. P. 834 460; brit. P. 4534¹⁹⁰⁵.

Die Wiedergewinnung von Äther und Alkohol erfolgt hier unter Anwendung einer geeigneten Flüssigkeit, welche in einem geschlossenen

Kreis unter solchen Bedingungen in bezug auf die sie durchlaufenden Kollodiumfäden läuft, daß einerseits die Ätherdämpfe sich abscheiden und in einem geeigneten Behälter kondensieren können und andererseits der Alkohol sich in der Flüssigkeit löst, die nach genügender Sät-

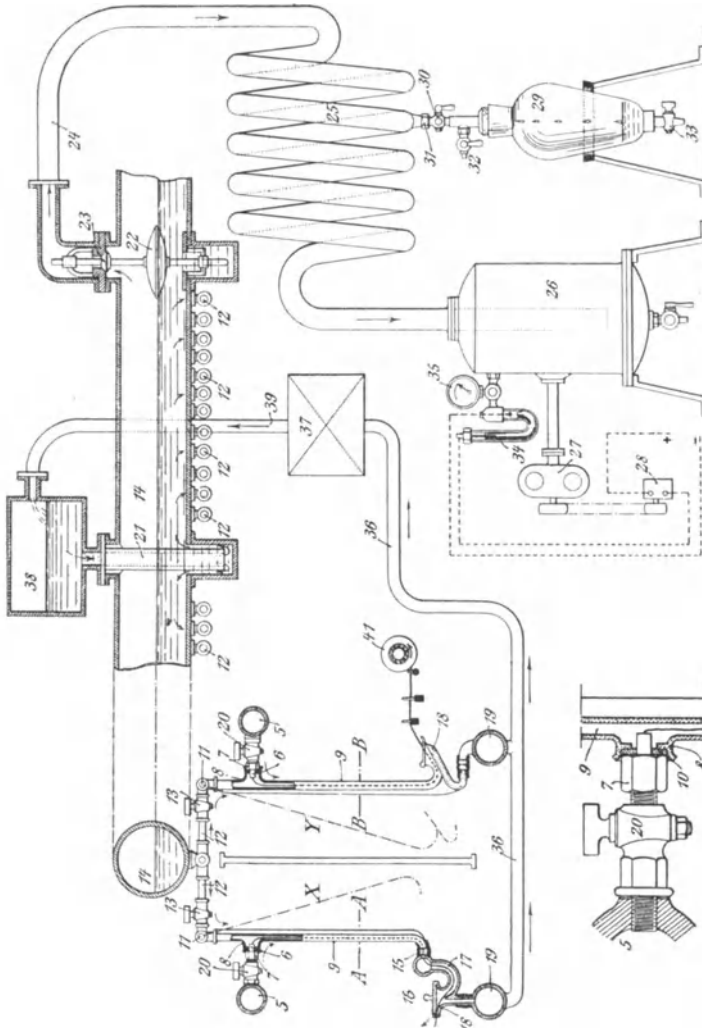


Fig. 115.

Fig. 116.

tigung zu seiner Wiedergewinnung destilliert wird. Die Vorrichtung gestattet ferner bei Anwendung einer geeigneten Reduktionsflüssigkeit gleichzeitig mit der Wiedergewinnung des Ätheralkohols noch die Denitrirung des aus den Spinnöffnungen austretenden Gespinnstes. Im diesem Falle ermöglicht vorliegende Vorrichtung eine besonders vor-

teilhafte Einwirkung dieser Flüssigkeit, weil sie die Anwendung einer Flüssigkeit von hoher Temperatur und einen verhältnismäßig langen Aufenthalt des Fadens in diesem Bade vorsieht.

Fig. 115 zeigt an einer Gesamtdarstellung einer Maschine zum Spinnen der Kollodiumseide die Vorrichtung zur Wiedergewinnung der Lösungsmittel. Fig. 116 zeigt im einzelnen in größerem Maßstab eine der Spinndüsen an dem Zirkulationsrohr für die Wiedergewinnungsflüssigkeit. Fig. 117 und 118 sind von oben gesehene Teilschnitte nach *A-A* oder *B-B* in Fig. 115, welche eine jederseits verschiedene Ausführungsform der Austrittsteile für das Gespinst zeigen, und zwar Fig. 117 eine solche für eine konstante Fadennummer, Fig. 118 eine solche für beliebig starke Nummern. Mit den Spinndüsen 6, welche

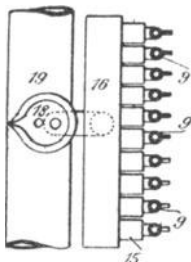


Fig. 117.

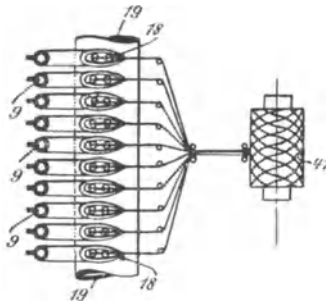


Fig. 118.

in bekannter Weise durch die Zuleitungen 5 gespeist werden, ist die aus dem geschlossenen Kreis bestehende Anordnung in Verbindung gebracht, welche sich einmal aus der Leitung für eine zur Trennung oder Lösung der wiedergewinnenden Dämpfe

geeignete Flüssigkeit und ferner aus einer Kondensationseinrichtung für diese Dämpfe zusammensetzt, die aufgefangen und somit während des Spinnens selbsttätig wiedergewonnen werden. Der Umlauf der zur Lösung dienenden Flüssigkeit wird durch Rohre 9 bewirkt, welche einerseits mit den Stützen 8 mittels hermetisch dichtenden Scheiben 10 auf die die Spinnformen 6 tragende Mutter 7 aufgesetzt und andererseits mit der Behälteranordnung 14 unter Einschaltung eines mit Hahn 13 und Gelenkstutzen 11 versehenen Rohres 12 verbunden sind. Die Rohre 9 führen unten zu einem von der Abflußleitung 36 sich abzweigenden Sammelrohr 19. In 36 ist eine Pumpe 37 eingeschaltet, deren Ausfluß durch die Leitung 39 zu dem Hochbehälter 38 und durch ein Tauchrohr 21 zum Sammelbehälter 14 führt. Wie in Fig. 115 (Seite X) und 117 oder in Fig. 115 (Seite Y) und 118 dargestellt ist, kann die Verbindung der Rohre 9 mit dem Sammelrohr 19 nach der zu wählenden Spinnart getroffen werden. Bei der Anordnung Fig. 115, X und 117, die zum Spinnen einer gleichbleibenden Fadennummer bestimmt ist, ist das Rohr 9 unten durch eine Schlauchhülse 15 an einen wagerechten gläsernen Kollektor 16 angeschlossen, in welchen alle Fäden zusammenlaufen, und der wieder mit dem senkrechten Kollektor 17 verbunden ist; letzterer endigt in ein Schalenmundstück 18, das mit einem Abflußstutzen unten am Sammelrohr 19 angeschlossen ist. Bei der Anordnung Fig. 115, Y und 118, die für das Spinnen aller möglichen Fadennummern bestimmt

ist, ist ein besonderes Mundstück 18 für jeden Faden zwischen jedem Rohr 9 und dem Sammelrohr 19 eingefügt, und die Vereinigung der Fäden erfolgt hier in mehr oder weniger großer Zahl außen auf den hierzu vorgesehenen Spulen 41. Bei beiden Anordnungen können durch die Gelenkstutzen 11 die Rohre 9 abgehoben und in dieser Lage gehalten werden, wenn man die von den Muttern 7 getragenen, zum Auswechseln eingerichteten Spinddüsen 6 ändern, ausbessern oder ersetzen muß. Der obere Behälter 14, in welchem sich die von der kreisenden Flüssigkeit mitgerissenen Dämpfe sammeln, ist mit einer Kondensationseinrichtung für die Dämpfe verbunden. Diese besteht aus einem Schlangrohr 25, welches zwischen einem von dem Schwimmer 22 bewegten, in einem von dem Sammelrohr 14 abgezweigten Kniestück eingebauten Ventil 23 und einem Saugwindkessel 26 eingeschaltet ist; in letzterem unterhält eine Luftpumpe 27, die durch einen Elektromotor 28 angetrieben wird, ein konstantes Vakuum, und zwar ein sehr geringes, von nur wenigen Zentimetern Wassersäule, was von einem Manometer 35 angezeigt und selbsttätig durch eine Röhre mit einer Quecksilbersäule 34 geregelt wird. Letztere wirkt durch den elektrischen Strom auf den Elektromotor 28 ein und beeinflußt seinen Gang entsprechend der Wirkungsweise der ganzen Vorrichtung. An den Windungen des Schlangrohres 25 sind bei 31 Glasbehälter 29 mit Hähnen 30 und Lufteinlaßhähnen 32 angebracht; außerdem haben diese Behälter 29 an ihrem unteren Ende noch einen Ablaufhahn 33.

Die Wirkungsweise der Vorrichtung ist folgende: Aus dem Behälter 14, welcher eine genügende Menge geeigneter Lösungsflüssigkeit von einer höheren Temperatur als die Siedetemperatur des Äthers haben muß, fließt nach Öffnen der Hähne 13 diese Flüssigkeit, welche auch Wasser sein kann, durch die Gelenkstutzen 11 in das Rohr 9 und darauf unter Durchgang durch die Zwischenteile je nach der zu wählenden Spinnart (Fig. 115, X und 117 oder Fig. 115, Y und 118) in das Sammelrohr 19. Sodann werden die Hähne 20 des Kollodiumrohres 5 geöffnet. Es tritt ein Faden aus, welcher im Augenblick seines Austrittes unter Abschluß der Außenluft, wo auch noch keine Verengung der Austrittsöffnung stattfindet, mit der heißen Flüssigkeit in Berührung kommt. Da die konstante Temperatur, auf welcher diese gehalten wird, erheblich höher ist als die des Siedepunktes des einen der beiden Lösungsmittel, des Äthers, so scheiden sich dessen Dämpfe, zumal in diesem Augenblick eine sie einschließende erhärtete Haut noch nicht besteht, sie also frei werden können, aus und steigen, entgegengesetzt der Richtung des aus dem Behälter 14 fließenden Wassers, an dem Rohr 9 entlang nach oben. Die Strömung des Wassers ist daher in Wirklichkeit aufs äußerste verringert, und zwar durch eine Verengung des Durchmessers der Rohre 9 an der Stelle unterhalb des Fadenaustrittes, so daß sich die Flüssigkeitssäule bei 8 und bis zum Behälter 14 nahezu in Ruhe befindet. Die in den Rohren 9 hochsteigenden Ätherdämpfe treten schließlich in den durch Rohr 21 gespeisten Behälter und sammeln sich in seinem oberen Teil. Beim Ingangsetzen des Apparates ist der Behälter 14 vollständig gefüllt. Sobald die Ätherdämpfe eintreten und sich oben sammeln,

drücken sie den Flüssigkeitsspiegel langsam herab. Ist der Wasserspiegel auf eine regelbare Grenze gesunken, so öffnet der Schwimmer 22 das Ventil 23 und läßt die Ätherdämpfe oben aus dem Behälter 14 entweichen und in die Leitung 24 und das Schlangenrohr 25 treten, in welchem die Temperatur genügend niedrig gehalten wird, um die Ätherdämpfe zu kondensieren. Der kondensierte Äther fließt dann in eine Reihe von Glasbehältern 29, die unter den Windungen des Schlangenrohres in der erforderlichen Anzahl angeordnet sind. Hat die Ätherflüssigkeit im Behälter 29 einen bestimmten Höhestand erreicht, so wird er durch Schließen des bei 31 an das Schlangenrohr angeschlossenen Hahnes 30 ausgeschaltet. Die Flüssigkeit kann dann nach Öffnen des seitlichen Lufthahnes 32 mittels des unteren Hahnes 33 abgelassen werden. Nach Schließen dieses Hahnes und des Lufthahnes wird durch Öffnen des Hahnes 30 der Behälter wieder eingeschaltet. Die Wiedergewinnung des Äthers vollzieht sich auf diese Weise intermittierend, und zwar jedesmal dann, wenn eine bestimmte Menge der angesammelten Ätherdämpfe den Wasserspiegel im Behälter 14 auf eine ebenfalls bestimmte Höhe herabgedrückt hat. Sobald das Wasser infolge des Saugens der Pumpens 27 wieder steigt, sperrt der Schwimmer 22 durch Ventil 23 die Verbindung mit der Leitung 24, 25, 26 und Pumpe 27 ab. Während der Äther im Wasser sehr wenig löslich ist, ist die Löslichkeit des Alkohols darin sehr groß. Dieses Wasser gelangt aus den Sammelrohren 19 durch die Leitung 36 in die Pumpe 37, die es durch die Leitung 39 in den Behälter 38 hebt und aus letzterem schließlich wieder durch das Tauchrohr 21 in den Behälter 14. Dasselbe Wasser, das an einer Stelle der Leitung durch einen außen beheizten Behälter auf gleicher Temperatur gehalten wird, wird solange benutzt, bis eine an einer geeigneten Stelle der Leitung entnommene Probe anzeigt, daß das Wasser genügend mit Alkohol gesättigt ist. Es wird dann eine bestimmte Menge dieses gesättigten Wassers abgezogen und eine gleiche Menge alkoholfreien Wassers gleicher Temperatur eingelassen. Das abgezogene Wasser wird einem bekannten Destillationsverfahren unterworfen, um den Alkohol abzuscheiden.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Wiedergewinnung der Lösungsmittel der Nitrozellulose für Maschinen zum Spinnen von Kolloidiumseide, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnformen oder Preßdüsen in die Leitung einer einem geschlossenen Kreislauf unterworfenen, auf erhöhter Temperatur gehaltenen Flüssigkeit münden, derart, daß einerseits unter vollständigem Luftabschluß der Ätherdampf hinter den Preßdüsen in einen Sammelbehälter tritt, aus dem er mittels selbsttätig spielenden Ventiles in einen Kondensator gelangt, der mit einem oder mehreren Gefäßen zum Ablassen des Kondensates und einer selbsttätig gesteuerten Luftpumpe verbunden ist, und andererseits der Alkohol in der kreisenden Flüssigkeit absorbiert wird, um nach genügender Anreicherung aus dieser später abdestilliert zu werden, wobei in bekannter Weise durch Wahl einer denitrierenden Flüssigkeit für den Kreislauf in der Maschine außer der Wiedergewinnung der Lösungsmittel auch die Denitrierung des Gespinnstes erfolgen kann.

2. Eine Ausführungsform der im Anspruch I gekennzeichneten Vorrichtung, bei welcher das Kollodium aus den Preßdüsen (6) in gelenkig an den Zuflußrohren (12) eines Sammelbehälters (14) aufgehängte Rohre (9) tritt, welche durch leicht lösbare Anschlüsse an einen Sammelbehälter (19) oder einen mit diesem verbundenen Kollektor (16) der Abflußleitung (36) und an die Preßdüsen (bei 8) luftdicht angelegt werden, während in die Abflußleitung eine Pumpe (37) eingeschaltet ist, welche die Flüssigkeit mittels eines Hochbehälters (38) und Tauchrohres (21) dem Sammelbehälter (14) wieder zuführt, der seinerseits durch ein vom Flüssigkeitsspiegel beeinflusstes Ventil (23) mit einem als Kondensator für die Ätherdämpfe dienenden Schlangenrohr (25) mit einem oder mehreren Sammelgefäßen (29) und einer Luftpumpe (27) in Verbindung steht, deren Antriebsmotor (28) durch einen von dem Druck im Windkessel (26) beeinflussten Quecksilberkontakt ein- und ausgeschaltet wird.

Nach Dervin.

127. J. M. E. Dervin. Wiedergewinnung von Alkohol und Äther aus der Luft der Kunstseidefabriken.

Franz. P. 350 298.

Das Verfahren besteht darin, daß man die Luft, welche Alkohol- und Ätherdämpfe enthält, mit Schwefelsäure bei gewöhnlicher Temperatur in innige Berührung bringt, und zwar nacheinander in zwei getrennten Apparaten. Die Säure im ersten Apparat hat den Zweck, die Luft zu trocknen und Alkohol zurückzuhalten, während die Säure im zweiten Apparat, die annähernd 66° Bé hat, Äther absorbiert. Das Verfahren beruht auf folgenden Beobachtungen: 1. Das Absorptionsvermögen der Schwefelsäure für Äther bei 18° hängt von der Konzentration der Säure und der Dampfspannung des Äthers ab. Luft, welche, wie bei den Kunstseidefabriken, nur einige Tausendstel Äther enthält, gibt an Schwefelsäure von 66° Bé nur 1 Mol. Äther (?) ab, während Schwefelsäure mit 1 oder mehreren Molekülen Wasser fast gar keinen Äther absorbiert. 2. Ein äquimolekulares Gemisch von Schwefelsäure 66° Bé und Äther verliert fast den ganzen Äthergehalt, wenn man einen feuchten Luftstrom hindurchgehen läßt und die Säure genügend Hydratwasser aufgenommen hat (ausgenommen die Äthermenge, welche in Form von Äthylschwefelsäure vorhanden war). 3. Wird durch Schwefelsäure von 66° Bé bei 18° Luft, die einige Tausendstel Wasserdampf, Alkohol und Äther enthält, hindurchgeleitet, so nimmt die Schwefelsäure zuerst alle drei Stoffe auf. In dem Maße aber, wie die Hydratierung der Säure wächst, nimmt auch die Dampfspannung des Äthers in der Flüssigkeit zu, und bei zunehmender Hydratierung tritt der Zeitpunkt ein, wo die Dampfspannung des Äthers größer ist als die der die Flüssigkeit durchstreichenden Luft; infolgedessen nimmt jetzt die Luft den Äther mit, der ursprünglich von der Säure aufgenommen war. Die Aufnahme des Äthers durch die Luft wird vollständig, sobald die Hydratierung der Säure genügend fortgeschritten ist. Zuletzt hält die Schwefelsäure nur Wasser und Alkohol zurück. Wichtig ist, daß

man sich zum Trocknen der Luft und zu ihrer Befreiung von Äther der Säure bedienen kann, welche aus zwei oder drei (selbst mehreren) nacheinander folgenden Operationen der Wiedergewinnung von Äther her stammt. Diese Säure kann noch wenigstens 20—30% ihres Gewichtes Wasser und Alkohol absorbieren. Aus diesem Rückstand kann man durch Destillation in Gegenwart von Wasser Alkohol wiedergewinnen. Wichtig ist es, bei dem Verfahren Temperaturerhöhungen über 18—20° zu vermeiden.

Zur praktischen Ausführung des Verfahrens läßt man die Luft durch zwei Batterien, jede aus wenigstens zwei Absorptionskolonnen bestehend, umlaufen. Die Kolonnen der ersten Batterie enthalten als Absorptionsflüssigkeit eine rückständige Schwefelsäure, die Wasser und Alkohol absorbiert. Die Kolonnen der zweiten Batterie enthalten Schwefelsäure von 66° Bé oder Säure, die bereits zweimal zur Absorption von Äther gedient hat, und absorbieren den Äther. Die aus der letzten Kolonne kommende trockene Luft wird in die Spinnräume zurückgeleitet. Die Kolonnen selbst besitzen die Einrichtung von Gay-Lussac-Türmen der Schwefelsäurefabrikation; sie sind mit zahlreichen, geneigt angeordneten, hohlen Bleiplatten angefüllt, in denen kaltes Wasser umläuft. Die Schwefelsäure fällt von oben in dünnen Strahlen herab, während die Luft unten einströmt. Die Säure wird mehrmals durch die Kolonne gepumpt. Die Kolonnen sind so miteinander verbunden, daß man in jeder Batterie die erste Kolonne zur zweiten machen kann und die zweite zur ersten. Aus der Flüssigkeit der zweiten Kolonne wird der Äther durch Destillation im Vakuum wiedergewonnen.

128. J. M. E. Dervin. Verfahren zur Wiedergewinnung von Alkohol und Äther aus der Luft von Kunstseidefabriken.

Franz. P. 5717, Zusatz zum franz. P. 350 298.

Um aus der ätherhaltigen Schwefelsäure den gesamten Äther wiederzugewinnen und der Säure ihre ganze Absorptionskraft wiederzugeben, destilliert man die ätherhaltige Säure mit 1 oder mehreren, z. B. 3 Molekülen Wasser auf 1 Molekül Säure. Die Säure wird danach durch die bekannten Mittel wieder auf 65—66° Bé konzentriert. Nach dem Hauptpatent (s. vorstehend) wird die aus den Absorptionskolonnen kommende trockene Luft in die Spinnräume zurückgeleitet, wo sie zum Trocknen der Kollodiumfäden dient. Dabei ist es nicht zu vermeiden, daß Außenluft nachdringt und die mehrmals zurückgeleitete Luft durch die von den Arbeitern eingeatmeten Gase verunreinigt wird. Wird jedoch die ganze Spinnvorrichtung luftdicht in einen Behälter mit gläsernen Wänden eingebaut, so ist eine Verschlechterung der umlaufenden Luft ausgeschlossen, die bewegte Luft ist ätherreicher, und man kann mit weniger Säure zur Wiedergewinnung des Alkohols und Äthers auskommen. Die bisher notwendige ausgiebige Ventilation der Arbeitsräume kann fortfallen. Eine zu starke Austrocknung der Kollodiumfäden wird durch Zusatz hygroskopischer Stoffe wie Glycerin, Chlorcalcium u. a. m. zur Spinnlösung oder durch Aufbringen solcher Stoffe oder ihrer Lösung auf die Apparateanteile, mit denen die Fäden in Berührung kommen, z. B. die Bobinen, vermieden.

Nach Société J. Jean & Cie. und G. Raverat.

129. La Société J. Jean & Cie. und G. Raverat, Paris. Verfahren zur Wiedergewinnung der Dämpfe flüchtiger Lösungsmittel.

Brit. P. 13 603¹⁹⁰⁵.

Die Dämpfe flüchtiger Lösungsmittel, die u. a. bei der Herstellung künstlicher Seide gebraucht werden, wie Petroläther, Äther, Alkohol, Benzol und seine Derivate, Ester von organischen Säuren mit Mineralsäuren u. a. werden durch Eisessig oder Phosphorsäure wiedergewonnen. Man leitet die Dämpfe durch Kolonnen, die z. B. Eisessig enthalten, und verdünnt nach Aufnahme der Lösungsmittel auf 40–30° Bé. Das Lösungsmittel scheidet sich ab oder wird durch Destillieren wiedergewonnen. Kühlen der Dämpfe oder des Eisessigs ist zweckmäßig.

Nach Douge.

130. J. Douge. Wiedergewinnung der Lösungsmittel der Nitrozellulose, besonders des Alkohols und Äthers, aus den aufgespulten Fäden.

Franz. P. 356 835; brit. P. 15 372¹⁹⁰⁵.

Man hat vorgeschlagen, die in den aufgespulten Nitrozellulosefäden enthaltenen Lösungsmittel in geschlossenem Gefäß unter vermindertem Druck abzudestillieren, und das Wasser durch trockenes Kaliumkarbonat zu entfernen. Das Verfahren erfordert einen komplizierten Apparat und beeinträchtigt die Eigenschaften der Fäden. Nach vorliegender Erfindung werden die Lösungsmittel durch Diffusion entfernt, d. h. die aufgespulten Fäden werden mit einer die Lösungsmittel aufnehmenden Flüssigkeit methodisch in der Weise behandelt, daß mit dem Lösungsmittel bereits beladene Flüssigkeit mit noch unbehandelten Fäden in Berührung kommt, daß dann Flüssigkeit mit weniger Lösungsmittel und schließlich reines Wasser zur Anwendung kommt. Die mit Lösungsmittel angereicherte Flüssigkeit, in den meisten Fällen Wasser, wird durch fraktionierte Destillation von den Lösungsmitteln befreit. Durch dieses methodische Extrahieren erhält man in 12 Stunden bei 30–35° eine Flüssigkeit mit 15–20% Alkohol und kann $\frac{2}{5}$ bis die Hälfte des angewendeten Alkohols zurückgewinnen. Die Spulen, auf denen die zu behandelnden Fäden aufgewickelt sind, sind zweckmäßig mit in der Längsrichtung verlaufenden Vertiefungen oder Löchern versehen, um der Diffusionsflüssigkeit bequemen Zutritt zu den Fäden zu verschaffen. Der Apparat zur Ausführung des Verfahrens enthält mehrere nebeneinander angeordnete Behälter, in denen die in Körben untergebrachten Spulen mit Diffusionsflüssigkeit von fallendem Gehalt an Lösungsmittel und schließlich reinem Wasser behandelt werden.

Nach dem französischen Zusatzpatent 5160 desselben Erfinders sind die Spulen mit in der Längsrichtung verlaufenden Schlitzern versehen, um eine noch bessere Diffusion zu ermöglichen.

131. J. Douge. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel aus der Luft von Kunstseidefabriken.

Brit. P. 1595¹⁹⁰⁷.

Von den einzelnen Spinnmaschinen wird die Luft durch einen Saugapparat in Röhren geführt, die in einem Sammelrohr münden, welches nach dem Saugapparat führt. In diesem findet eine Trennung von Luft und Wasserdampf von den Alkohol- und Ätherdämpfen statt. Dies geschieht durch Zentrifugalkraft oder durch mehrfache Anordnung von Widerständen in der Leitung der Gase. Luft und Wasserdampf werden in den Arbeitsraum zurück- oder ins Freie geleitet. Die von Luft und Wasserdampf zum Teil befreiten Dämpfe werden nach einem zweiten Trennungsapparat geleitet, in dem eine weitere Abscheidung von Luft und Wasserdampf stattfindet. Das verbleibende Dampfgemisch wird, gegebenenfalls nach vorherigem Trocknen, zur Absorption geführt. (4 Zeichnungen.)

Nach Aurenque.

132. J.-B.-A. Aurenque. Wiedergewinnung flüchtiger Flüssigkeiten durch geeignete Abkühlung der aus ihnen entwickelten Dämpfe.

Franz. P. 349 843.

Die beim Verspinnen von Kollodium entwickelten Dämpfe von Alkohol und Äther sammeln sich im unteren Teil des Arbeitsraumes in besonderen Leitungen an. Die Erfindung besteht darin, daß die angesammelten Dämpfe stark gekühlt werden. Reiner Ätherdampf hat bei 20° eine Spannung von 423 mm, kühlt man auf -- 10° ab, so fällt die Spannung auf 115 mm und bewirkt die Verflüssigung von etwa $\frac{3}{4}$ der Dämpfe. Bei Gemischen von Alkoholdampf und Ätherdampf ist die Spannung nicht so hoch, die Wirkung der Kühlung daher noch ausgiebiger. Außerdem bewirkt die Kühlung eine Bewegung der Dämpfe von oben nach unten und daher eine Ventilation des Arbeitsraumes.

Nach Bouchaud-Praceiq.

133. E. Bouchaud-Praceiq, Paris. Vorrichtung zur Wiedergewinnung der Dämpfe flüchtiger Lösungsmittel.

Österr. P. 29 829; schweiz. P. 33 684.

Als Absorptionsmittel für die Alkohol- und Ätherdämpfe hat man starke Schwefelsäure, Abfallsäure vom Nitrieren der Zellulose oder Alkalibisulfate verwendet, mit welchen man die vorher getrocknete, die Dämpfe enthaltende Luft in innige Berührung bringt. Die so erhaltenen Lösungen werden dann mit Wasser verdünnt und destilliert, wobei man einerseits die flüchtigen Lösungsmittel wiedergewinnt, andererseits einen Rückstand erhält, der durch Konzentrieren wieder zu Absorptionszwecken vorbereitet werden kann.

Die Erfindung betrifft eine Einrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens. Sie besteht aus einem oben offenen Troge, in welchem jene Vorrichtungen untergebracht sind, bei deren Betriebe die wiederzu-

gewinnenden Lösungsmitteldämpfe frei werden, also bei der Kunstseide-erzeugung die Spinndüsen usw. Unten ist an den Trog ein Sammelrohr für die Dämpfe angesetzt, dessen Fortsetzung zu einem Absorptionsturm führt; dieser ist derart angeordnet, daß einerseits das Gewicht einer durch ihren Gehalt an spezifisch schweren Dämpfen schwerer gemachten Luftsäule und andererseits die verhältnismäßige Leichtigkeit

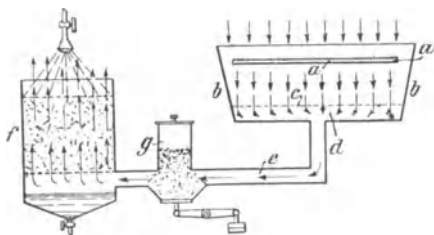


Fig. 119.

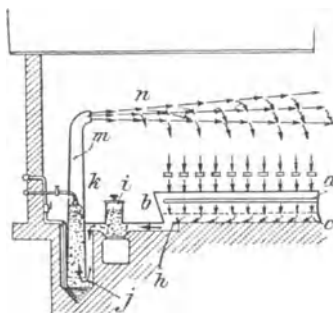


Fig. 120.

einer von Dämpfen befreiten Luftsäule benutzt wird, um selbsttätiges Ansaugen gegen den Trog zu erhalten, was gleichzeitig dem Höhenunterschied zwischen dem Abfangtrog und dem Absorptionsturm und auch dem Dichtenunterschied zwischen der mit schweren Dämpfen beladenen Luft und der von Dämpfen befreiten Luft proportional ist. Eine derartige Vorrichtung regelt sich so durchaus von selbst; je nach-

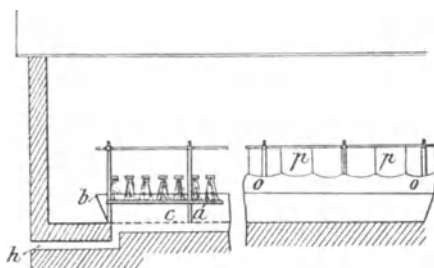


Fig. 121.

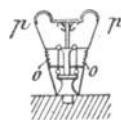


Fig. 122.

dem sie zu arbeiten hat oder nicht, gelangt sie selbsttätig in oder außer Gang und saugt wenig, mittelmäßig oder viel an, je nachdem wenig, mittelmäßig oder viel zu absorbieren ist. Die Zeichnung zeigt als Ausführungsbeispiel der neuen Einrichtung deren Anwendung bei der Kollodiumseideerzeugung. Fig. 119 ist eine schematische Darstellung der ganzen Anlage, Fig. 120 ein lotrechter Längsschnitt. Fig. 121 ist ein lotrechter Querschnitt, Fig. 122 ein Querschnitt einer Spinnbank, die mit einer Einrichtung versehen ist, welche hindert, daß sich die mit Dämpfen beladene Luft außerhalb des Abfangtroges ausbreitet. Nach Fig. 119 ist die Rampe *a*, welche die Spinndüsen trägt, in einem Trog *b* unterge-

bracht, der einen gelochten falschen Boden *c* besitzt, durch welchen die mit Dampf gesättigte Luft strömt; sie zieht abwärts, um in ein Abzugrohr *e* zu gelangen, wobei sie durch Trockenmittel geht, die in einem Behälter *g* enthalten sind, der in passender Lage angeordnet und mit einer Entleerungsöffnung für das mit Feuchtigkeit gesättigte Material versehen ist. Die Pfeile deuten an, in welchem Sinne die Dämpfe in der Vorrichtung kreisen. Der Turm *f* enthält mit Absorptionsmitteln getränkten Bimsstein, der die durchströmende Luft von Dämpfen befreit; die Luft tritt an dem oberen Ende des Turmes aus und kann von neuem benutzt werden, um eine neue Menge Dämpfe abzufangen. Bei der Einrichtung nach Fig. 120 ist der Trog *b* mit einem Kanal *h* in Verbindung, der die mit Dämpfen gesättigte Luft zum Trockenapparat *i* führt, von wo aus sie in eine Grube *j* gelangt, in deren unteren Teil die untere Öffnung der zum Festhalten der Dämpfe dienenden Säule *k* mündet. Die Flüssigkeit, welche bei der Einwirkung des Absorptionsmittels auf die Dämpfe entsteht, sammelt sich auf dem Boden der Grube *j* an, von wo sie durch eine Pumpe gehoben und den Wiedergewinnungsapparaten zugeführt wird. Der Absorptionsturm wird von einem Zugkegel *m* überragt, der oben abgebogen und bei *n* mit einem Drehkreuz versehen ist, dessen Gang den der Vorrichtung anzeigt. Die trockene und von Dämpfen befreite Luft tritt durch die obere Öffnung des kegelförmigen Rohres *m* aus, um sich oberhalb der Spinnvorrichtung auszubreiten und sich beim Durchströmen des Troges neuerdings mit Dämpfen zu sättigen. Eine und dieselbe Luftmenge kann also derart sozusagen unbegrenzt lange benutzt werden. Um die Verluste zu vermeiden, welche erfolgen können, wenn sich mit Dämpfen gesättigte Luft über die Ränder des Troges verbreitet, sind letztere durch ein geschmeidiges durchsichtiges Gewebe *o* von passender Höhe nach oben verlängert, das an elastischen Halteorganen *p*, welche andererseits mit dem Gestell in Verbindung stehen, befestigt ist (Fig. 121 und 122). Die Arbeiterin kann so einen gerissenen Faden wieder anfügen, einen Hahn betätigen und selbst eine kleine Reparatur vornehmen, indem sie mit ihrem Arm nur dort, wo sie arbeiten will, die biegsame Wand *o* hinabdrückt, wobei übrigens die Ausströmöffnung, die an dieser Stelle entstände, durch die Arme der Arbeiterin verlegt wird. Die Absorptionsmittel sind um so wirksamer, bei je niedrigerer Temperatur sie gehalten werden, und je vollständiger die Luft früher von Feuchtigkeit befreit worden ist. Daher werden in den Weg der Luft mehrere Kammern eingeschaltet, wo die Abkühlung und das Trocknen der mit Dämpfen gesättigten Luft in üblicher Weise vor sich geht. Als Trockenmittel kann man ein Gemenge von Kalziumkarbid und Natrium oder ein Gemenge von Kalziumkarbid und Mangankarbid nehmen. Als Absorptionsmittel wählt man entweder Alkalisulfate oder das bei Nitriervorgängen abfallende Säuregemisch. Die Trennung der Dämpfe von den Absorptionsmitteln erfolgt entweder durch Wärme oder durch Luftleere oder durch Destillieren im Vakuum. Liegen schwefelsaure Lösungen vor, so wird die Destillation durch vorgängigen Wasserzusatz erleichtert.

Nach Vittenet.

134. H. E. A. Vittenet, Auree s. Loire, Frankr. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide und zur Wiedergewinnung der bei der Herstellung verwendeten Gase.

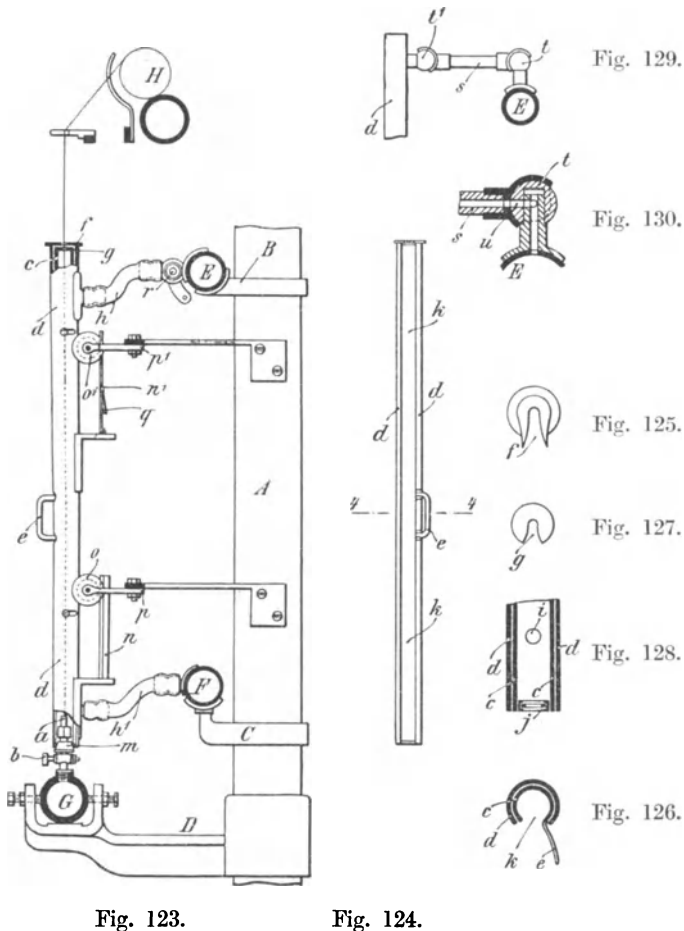
D.R.P. 194 825 Kl. 29a vom 19. VI. 1906 (gelöscht); brit. P. 14 087¹⁹⁰⁶; franz. P. 361 568 mit Zusatz 5797; Ver. St. Amer. P. 828 155; österr. P. 32 783.

Für die Herstellung künstlicher Seide verwendet man Nitrozellulose, die u. a. in Aceton oder Aceton mit schwefliger Säure¹⁾ gelöst ist. Bei diesem Verfahren befindet sich der aus der Spinnvorrichtung heraus tretende Faden in einer Atmosphäre von Schwefligsäuregas, welches den Faden weich und glänzend macht und Acetondämpfe mit sich führt, wodurch eine Wiedergewinnung dieses Lösungsmittels ermöglicht ist.

Die Vorrichtung der vorliegenden Erfindung ist zur Ausführung des gekennzeichneten Verfahrens bestimmt, um eine Sammlung der Mischung der Dämpfe von Aceton und schwefliger Säure zu gestatten und die Arbeiter vor der Berührung mit den für die Atmung schädlichen Gasen zu schützen. Die Vorrichtung sieht für jede Spinnöffnung ein geschlossenes Rohr vor, in welchem sich ein Strom schwefliger Säure befindet, der in dem für die Bewegung des Fadens entgegengesetzten Sinne läuft. Alle erwähnten Röhren sind an ein allgemeines Zuleitungsrohr für schweflige Säure angegliedert. Nach dem Durchgange durch diese Röhren sammeln sich die schweflige Säure und die Acetondämpfe in einem Sammler, welcher die Gase und Dämpfe an eine passende Stelle führt, bevor die Abscheidung des Acetons vorgenommen wird. In der Zeichnung ist die Vorrichtung beispielsweise dargestellt. Fig. 123 ist ein senkrechter Schnitt. Fig. 124 ist eine Ansicht einer der Röhren für schweflige Säure. Fig. 125 ist eine Oberansicht der äußeren Röhre. Fig. 126 ist ein Schnitt nach der Linie 4 von Fig. 124. Fig. 127 ist eine Ansicht des inneren Rohres von oben. Fig. 128 ist ein senkrechter Schnitt des unteren Teiles der Röhre, welche über einer Spinnvorrichtung, die nicht dargestellt ist, angeordnet ist. Fig. 129 zeigt einen Teil der Anordnung der Röhren für den Umlauf der schwefligen Säure. Fig. 130 zeigt die Einzelheit des Hahnes in der letzterwähnten Einrichtung. Fig. 125—128 und 130 sind in größerem Maßstabe gezeichnet als die anderen Figuren. Die Vorrichtung wird von senkrechten Stützen *A* getragen, auf welchen Arme *B*, *C*, *D* befestigt sind. Der Arm *B* trägt die Leitung *E*, durch welche das schweflige Säure Gas eintritt. Der Arm *C* trägt das Ausgangsrohr *F* für die schweflige Säure, welche bereits umgelaufen ist, und den Acetondampf, der mitgerissen ist. *D* trägt die Leitung *G*, durch welche die Lösung von Nitrozellulose in Aceton eintritt. Die Leitung *G* ist mit senkrechten Spinnröhren *a* versehen, die einen Hahn *b* besitzen. Auf jeder Spinnröhre ist ein Rohr angeordnet, welches aus zwei konzentrischen Röhren zusammengesetzt ist, dem inneren Rohre *c* und dem äußeren Rohre *d*. Das äußere Rohr *d* ist fest, das innere Rohr *c* kann im äußeren Rohre *d* mittels des Handgriffes *e* gedreht werden. Die beiden Rohre *c* und *d* haben einen senkrechten Spalt *k* nach ihrer ganzen Länge,

¹⁾ D.R.P. 171 639, s. S. 81.

so daß, wenn diese Spalte zusammenfallen (Fig. 126), der Faden ergriffen werden kann, wenn er aus der Spinnvorrichtung auszutreten beginnt, um ihn in die ganze Höhe des Rohres einzuführen, ihn oben austreten zu lassen und auf die obere Rolle *H* zu bringen. Das äußere Rohr *d* ist in seinem oberen Teile fast vollständig geschlossen und zeigt eine



radiale Durchbrechung *f* (Fig. 125), deren Seiten sich verlängern, um die Einführung des Fadens zwischen sich zu erleichtern, wenn man den Betrieb beginnt. Das innere Rohr ist gleichfalls oben fast vollständig geschlossen und hat nur eine radiale Durchbrechung *g* (Fig. 127), die mit der Durchbrechung *f* zusammenfällt, wenn die Spalte *k* der beiden Rohre zusammenfallen. Wenn man das innere Rohr in dem äußeren Rohre mittels des Handgriffes *e* dreht, so daß das Rohr vollkommen geschlossen ist, so setzt sich die Durchbrechung *g* des oberen

Teiles des inneren Rohres unter einen vollen Teil des äußeren Rohres, und es bleibt nur ein kleines mittleres Loch übrig, durch welches der Faden austritt. Die obere Leitung E , durch welche das schweflige Säure Gas eintritt, und die Leitung F , durch welche es austritt, sind mit dem äußeren Rohre d durch Kautschukansätze h, h^1 verbunden. Das innere Rohr c zeigt an der Stelle dieser Ansätze eine kreisförmige Öffnung i , die gegenüber den Öffnungen der Ansätze an den Röhren h, h^1 liegt. Wenn das innere Rohr c zum Verschuß der senkrechten Spalte k gedreht ist, so steigt die schweflige Säure durch den oberen Teil des über jeder Spinnröhre liegenden Rohres herab, tritt durch den unteren Ansatz aus und kommt durch den biegsamen Ansatz h^1 in die Sammelleitung F . Die Kautschukansätze gestatten, das Rohr c, d über die Spinnröhre zu heben, falls dies zur Besichtigung oder Reinigung oder leichteren Erreichung des Fadens notwendig ist. Das Rohr ruht einfach auf der Spinnröhre. Eine genügend dichte Verbindung wird durch einen Kautschukring j erreicht, welcher im unteren Teile des Rohres d auf dem konischen Teil m unterhalb der Spinnröhre angeordnet ist. Jedes Rohr d wird senkrecht geführt und gehalten von zwei Winkeleisen n, n^1 , welche hinter Rollen o, o^1 , die von Armen p, p^1 getragen werden, gehen. Diese Rollen greifen zwischen die Winkeleisen n, n^1 und die Röhren. Das obere Winkeleisen n^1 federt leicht, so daß, wenn das Rohr c, d gehoben wird, ein kleiner Ansatz q , der hinter dem Winkeleisen dargeboten wird, auf den Arm p^1 , welcher das gehobene Rohr hält, zu ruhen kommt. Man muß leicht an diesem Winkeleisen ziehen, um den Ansatz q , der das Rohr c, d freigibt, zu lösen. Der obere Kautschukansatz h für die Zuleitung der schwefligen Säure ist mit einem Hahn r versehen. Man schließt ihn, wenn das Rohr gehoben werden soll, und sperrt so den Zutritt der schwefligen Säure ab. In der Ausführungsform der Fig. 129 und 130 ist sowohl die Zuleitungs- wie die Ableitungsröhre mit den senkrechten Röhren c, d durch starre Röhren s , die bei t, t^1 angelenkt sind, verbunden. Man hat in t einen Hahnansatz, der sich selbsttätig schließt, wenn man das Rohr c, d hebt. Der Zutritt der schwefligen Säure hört dann auf, weil die Leitung des Rohres d nicht mehr gegenüber der waagrechten Leitung u des Hahnes sich befindet. Die beschriebene Vorrichtung kann übrigens auch zur Wiedergewinnung der Dämpfe anderer Lösungsmittel bei der Herstellung künstlicher Seide benutzt werden.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide und zur Wiedergewinnung der bei der Herstellung verwendeten Gase, gekennzeichnet durch zwei ineinandersteckende, gegeneinander verdrehbare Rohre (c, d), die in ihrer ganzen Länge mit je einem Spalt versehen sind, und die oben radiale Öffnungen tragen, welche zum großen Teile verdeckt sind, wenn die Spalte geschlossen sind.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das mit Ansätzen für die Gasleitungen versehene äußere Rohr (d) auf einem konischen Teil des Spinnrohres abhebbar ruht und von Winkeleisen in Rollenführungen verschiebbar gehalten ist.

Nach Bucquet.

135. O. Bucquet, Herent lez Louvain, Belg. Verfahren zur Wiedergewinnung der bei der Herstellung künstlicher Seide verwendeten flüchtigen Lösungsmittel.

D.R.P. 196 699 Kl. 29b vom 10. II. 1907 (gelöscht); franz. P. 386 833.

Nach diesem Verfahren werden Alkohol, Äther, Aceton u. dgl. in reinem und wasserfreiem Zustande und ohne Verlust wiedergewonnen. Es besteht im wesentlichen darin, daß als absorbierende Mittel ein flüssiges Fett oder eine flüssige Fettsäure, z. B. Ölsäure, für sich allein oder gemischt mit einem Öle von niedrigem Erstarrungspunkt benutzt wird. Diese Mittel sind besonders brauchbar, weil sie beim Abdestillieren des flüchtigen Lösungsmitteln nicht mit übergehen. Die bisher in der Kunstseidenindustrie benutzten Absorptionsmittel für die flüchtigen Lösungsmittel, wie Bisulfate oder Schwefelsäure, machen eine Zerlegung der zunächst entstandenen chemischen Verbindungen und eine besondere Reinigung der daraus abgeschiedenen Lösungsmittel notwendig.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung der bei der Herstellung künstlicher Seide verwendeten flüchtigen Lösungsmittel (Alkohol, Äther, Aceton usw.), deren Dämpfe durch Luft oder einen indifferenten Dampf oder ein indifferentes Gas einem sie absorbierenden Mittel zugeführt und daraus durch Destillation in reinem Zustande wiedergewonnen werden, dadurch gekennzeichnet, daß als absorbierendes Mittel ein flüssiges Fett oder eine flüssige Fettsäure, z. B. Ölsäure, entweder für sich allein oder gemischt mit einem Öle von niedrigem Erstarrungspunkt benutzt wird.

Mit Lösungsmitteldämpfen beladene Luft in einer Pumpe mit Öl innig zu mischen, das Lösungsmittel dadurch an das Öl zu binden, die Luft entweichen zu lassen und Öl vom Lösungsmittel durch Destillation zu trennen, beschreiben J. Smith, H. L. Mitchell, W. H. Askham und H. Hey im brit. P. 18 605¹⁹⁰⁹.

Nach Diamanti und Lambert.

136. H. Diamanti und Ch. Lambert, Paris. Vorrichtung zur gesonderten Wiedergewinnung der in der Kunstseidefabrikation verwendeten flüchtigen Lösungsmittel.

D.R.P. 203 916 Kl. 29b vom 3. III. 1907 (gelöscht); schweiz. P. 39 587; franz. P. 372 889; brit. P. 5020¹⁹⁰⁷; österr. P. 38 532.

Die Vorrichtung soll bei einem Verfahren benutzt werden, das darin besteht, die Verflüssigung der Dämpfe von flüchtigen Flüssigkeiten durch Berührung mit kalten, geeignet angeordneten Wänden herbeizuführen, sowie gleichzeitig darin, zur Vermeidung einer neuen Verdampfung die Tröpfchen der Flüssigkeit, die so durch Herabtropfen erhalten wird, vor Einwirkung der Luft, die infolge der Schwere oder mechanisch getrieben umläuft, zu schützen. Die Tröpfchen werden sofort in einem Rohr oder in einem Behälter beliebiger Form vereinigt, der auf einer sehr niedrigen Temperatur gehalten wird.

Die Zeichnung stellt als Anwendungsbeispiel einen Spinnstuhl zur Herstellung künstlicher Seide dar, mit dem die Wiedergewinnungseinrichtung verbunden ist. Es ist Fig. 131 eine Seitenansicht mit einem Teilschnitt, der die innere Einrichtung des Apparates zeigt, Fig. 132 ein senkrechter Querschnitt. Der Spinnstuhl besteht wie gewöhnlich aus einem Gestell *a*, das zwei horizontale Rohre *b* trägt, auf denen die Spinndüsen *c* angeordnet sind, durch die man unter gleichmäßigem Druck das Kollodium auspreßt. Jede Spinndüse trägt einen Hahn *d*, der gestattet, die Flächenlieferung zu unterbrechen. Sobald die Fädchen

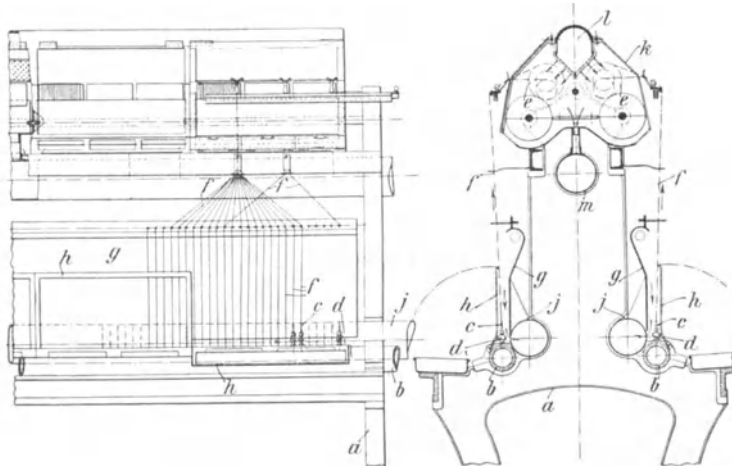


Fig. 131.

Fig. 132.

an die Außenluft gelangen, beginnt die Verdampfung des Äthers und Alkohols, und sie dauert an, wenn die Fäden auf die Rollen *e* im oberen Teile des Apparates aufgerollt sind. Um die Dämpfe, die sich aus den Fädchen *f* entwickeln, nach Maßgabe ihres Entstehens aufzunehmen, bildet man mit Hilfe von festen Schirmen *g* und scharnierartig beweglichen Schirmen *h* eine Art Gang, der von unten nach oben von den zu den Rollen gehenden Fädchen durchlaufen wird, während ein Saugluftstrom den genannten Gang von oben nach unten durchläuft. Die Ansaugung wird durch ein am Fuße des Ganges angeordnetes Rohr *j* bewirkt. Die zu Fäden vereinigten Fädchen werden auf die Rollen *e* aufgerollt, die immer mit Rücksicht darauf, die noch entweichenden Dämpfe wiederzugewinnen, in einem ziemlich dicht abgeschlossenen Gehäuse eingeschlossen sind. In dem helmartigen Gehäuse *k* ist ein geringer Lufteintritt durch die Schlitzze, die zugleich für den Durchgang des Fadens dienen, vorgesehen, während ein oben angeordnetes Rohr *l* eine zur Vollendung der Austrocknung genügende Menge Luft gegen die Walzen *e* zu blasen gestattet, um sie bis zu dem gewünschten und zur Vermeidung des Anklebens oder Ineinanderübergens der darauf aufgerollten Fäden als praktisch notwendig erkannten Maße zu trocknen.

Warme, trockene Luft von 40° ist als zur Erzielung dieses Ergebnisses am besten geeignet erkannt worden. Ein Rohr *m*, das im Innern des Helmes angeordnet ist, gestattet die stark mit Alkohol und Ätherdämpfen angereicherte Luft anzusaugen. Dieses Saugrohr ist mit dem Hauptsystem zur Verflüssigung und Gewinnung der Dämpfe verbunden, wo man, wenn man es für zweckmäßig erachtet, die an der höchsten Stelle des Spinnstuhles durch das Rohr *l* eingeblasene Luft entnehmen kann.

Patentsanspruch: Vorrichtung zur gesonderten Wiedergewinnung der in der Kunstseidefabrikation verwendeten flüchtigen Lösungsmittel, gekennzeichnet durch einen mit Hilfe von festen Schirmen (*g*) und scharnierartig beweglichen Schirmen (*h*) gebildeten Gang unmittelbar über den Drüsen (*c*), mit einem am Fuß des Ganges angeordneten Rohr (*j*) zur Absaugung der Ätherdämpfe und durch ein helmartiges Gehäuse (*k*) mit engen Eintrittsstellen für die Fäden (*f*) und einem im Scheitel angebrachten Rohr (*l*) zur Ausblasung des Alkoholdampfes.

Nach Société l'air liquide.

137. Société l'air liquide, Société anonyme pour l'étude et l'exploitation des procédés G. Claude. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Flüssigkeiten, wie Äther und Alkohol, die sich als verdünnte Dämpfe in der Luft bei der Herstellung von Kunstseide u. a. m. vorfinden.

Franz. P. 397 791; brit. P. 5395¹⁹⁰⁹; Ver. St. Amer. P. 1 040 886.

Die auf einige Atmosphären komprimierte Luft wird in der Kühlschlange *c* (Fig. 133) durch kaltes Wasser abgekühlt und von der Hauptmenge des in ihr enthaltenen Wasserdampfes befreit. Das Wasser sammelt sich in *J* mit etwas Alkohol und Spuren von Äther an. Die Luft geht weiter nach den Austauschapparaten *A* und *B*, deren innere Röhren sie zunächst durchstreicht, um dann in *M* entspannt zu werden. Sie kühlt sich dadurch weiter ab und geht durch *B* und *A* zurück, und zwar um die inneren Röhren herum als Kühlmittel. Die in *A* und *B* verdichteten Alkohol- und Ätherdämpfe sammeln sich in *J'* und *K* an und werden von dort abgezogen. Die Ventile *V*¹ und *V*² dienen zum Ablassen kalter Luft, um eine zu starke Kühlung und damit Verstopfungen in den Röhren zu verhindern. Man kann die Luft auch unten in den Apparat einführen und die kalte Luft von oben strömen lassen (Fig. 134).

Nach dem

138. Zusatzpatent 11 267

wird das Trocknen der Luft dadurch vervollkommen, daß sie durch *A* (Fig. 135) angesaugt und von dem Kompressor *B* unter Druck durch ein Röhrensystem *F* getrieben wird, wo sie den größten Teil ihrer Feuchtigkeit als Flüssigkeit abgibt. Sie geht dann nach dem Entspanner *C* und im gekühlten Zustande außen um die Röhren *F* herum.

Eine ähnliche Einrichtung beschreibt das franz. P. 413 571 derselben Firma.

Bei dem derselben Firma durch das

139. D.R.P. 229 001 Kl. 12e vom 25. II. 1909.

geschützten Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Flüssigkeiten, die sich im Dampfzustande in großen Mengen von Luft oder schwer zu verflüssigenden Gasen befinden, wird das zu behandelnde komprimierte Gemisch auf seinem ganzen Wege vom Eintritt in den Wärmeaustauschapparat bis zum Eintritt in die Entspannungsvorrichtung nur von unten nach oben und das entspannte Kühlmittel auf seinem ganzen Wege von der Entspannungsvorrichtung bis zum Austritt aus dem Wärmeaustauschapparat nur von oben nach unten geführt. Strömt, wie bei den bekannten Einrichtungen, das zu behandelnde Gas einmal von unten nach oben und einmal von oben nach unten und das Kühlmittel entsprechend umgekehrt, so können störende Verstopfungen in den Röhren der Röhrenbündel eintreten. Das soll durch das geschützte Verfahren vermieden werden. (3 Zeichnungen.)

Einen ähnlichen Gegenstand betrifft das franz. P. 425 992 derselben Firma. Bei dem

140. franz. P. 435 073

derselben Firma wird, statt in geschlossenem Kreislauf ausschließlich Kälte anzuwenden, die Kompression der mit Dämpfen beladenen Luft benutzt. Die Luft, die an dem Teile des Kreislaufs abgesaugt wird, wo sie sich mit Dämpfen beladen hat, wird durch einen Kompressor soweit komprimiert, daß von den flüchtigen Stoffen nur ein geringer Teil nach dem Köhlen auf gewöhnliche oder etwas niedrigere Temperatur noch

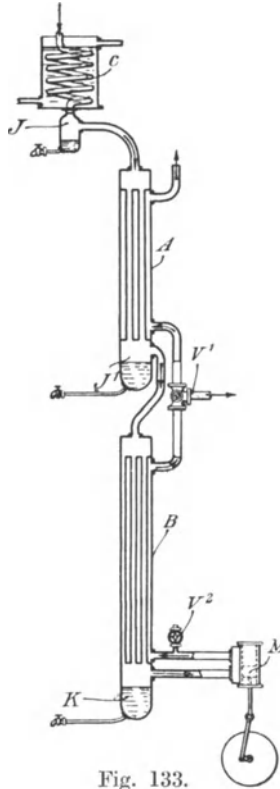


Fig. 133.

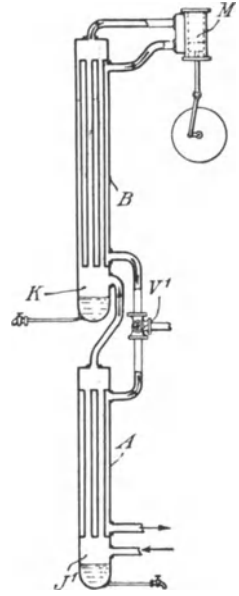


Fig. 134.

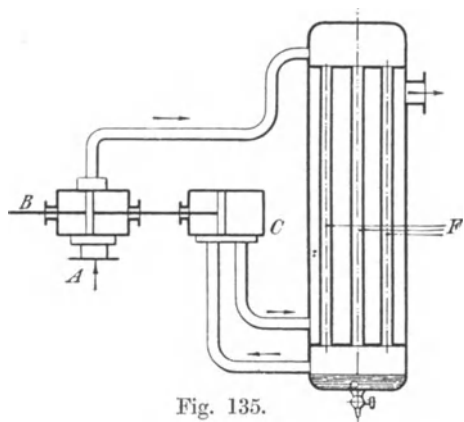


Fig. 135.

gasförmig bleibt. Es ist vorteilhaft, die Kompression in mehreren Absätzen vorzunehmen und nach jeder die Luft durch einen mit kaltem Wasser gekühlten Kühler gehen zu lassen; dadurch soll die Ausbeute verbessert werden. Die von der gewünschten Menge der Lösungsmitteldämpfe befreite Luft muß dann wieder entspannt werden, was mit oder ohne äußere Arbeitsleistung geschehen kann.

Nach Crépelle-Fontaine.

141. Crépelle-Fontaine. Kolonne, Vorrichtungen und Verfahren zur Wiedergewinnung von Äther und Alkohol, die bei der Herstellung künstlicher Seide in Schwefelsäure gelöst sind.

Franz. P. 396 664; schweiz. P. 45 485; Ver. St. Amer. P. 951 067.

In den oberen Teil einer Destillationskolonne wird Alkohol und Äther enthaltende Schwefelsäure und alkoholhaltiges Wasser¹⁾ in bestimmten Verhältnissen eingeleitet. Im unteren Teil der Kolonne liegt die zur Erhitzung dienende Dampfschlange. Die aus der Flüssigkeit aufsteigenden Dämpfe werden durch Natronlauge gewaschen und in einer Kühlschlange kondensiert. Im unteren Teil der Kolonne befindet sich eine Kontrollvorrichtung²⁾ zur Feststellung, ob der Alkohol und Äther vollkommen wiedergewonnen sind. (3 bzw. 1 Zeichnung.)

Einzelheiten der Apparatur beschreibt das franz. Zusatzpatent 10092.

142. Ch. Crépelle-Fontaine. Vorrichtungen und Verfahren zur Wiedergewinnung von Äther und Alkohol, die bei der Herstellung künstlicher Seide und anderen Prozessen, in denen diese Lösungsmittel verwendet werden, verdunstet sind.

Franz. P. 401 182.

Die Luft der Fabrikräume wird durch einen Ventilator angesaugt und in den unteren Teil eines Turmes geleitet, in welchem Säure oder eine andere Absorptionsflüssigkeit herabläuft. Der Turm ist in einzelne übereinander liegende Abteilungen geteilt, die durch Überläufe miteinander in Verbindung stehen und in denen die aufsteigenden Äther-Alkoholdämpfe mit der Säure od. dgl. in innige Berührung gebracht werden. Die unten aus dem Turm abfließende Säure, die unter Umständen gekühlt wird, wird durch eine Pumpe wieder oben in den Turm gebracht.

Ähnliche Maßnahmen und Einrichtungen betrifft das brit. P. 2400¹⁹⁰⁹ desselben Erfinders.

Nach Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize.

143. Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize. Behandlung künstlicher Seide.

Franz. P. 358 987.

Nitrozelluloseseide wird direkt auf Bobinen gesponnen, die dann in einen Kessel mit Flüssigkeitsein- und -auslaßröhre gebracht werden.

¹⁾ Woher dieses stammt, ist nicht angegeben.

²⁾ Ähnlich zur Prüfung des spezifischen Gewichtes des Destillationsrückstandes.

Durch Waschen mit Wasser wird nun zunächst der Alkohol entfernt und durch Rektifikation der Waschflüssigkeit wiedergewonnen. Dann wird in demselben Apparat mit erst schwächerer, gebrauchter, dann stärkerer frischer Denitrierflüssigkeit denitriert, gewaschen und gebleicht. Nach abermaligem Waschen wird im Luftstrom getrocknet.

144. Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize. Verfahren zur Wiedergewinnung der Nitrozelluloselösungsmittel.

Franz. P. 401 262.

Zum Auffangen der Alkohol- und Ätherdämpfe wird nicht 66%ige Schwefelsäure verwendet, deren spätere Konzentrierung Schwierigkeiten macht, sondern Schwefelsäure von 62° Bé bei Temperaturen unter 20° C. Die zu behandelnden Dämpfe werden durch einen Ventilator unten in einen Turm geführt, in dem sie nach oben steigen und mit der von oben herabfließenden Säure in Berührung gebracht werden. Die mit Alkohol und Äther angereicherte Schwefelsäure wird destilliert.

145. Fabrique de soie artificielle de Tubize. Einrichtung zur Wiedergewinnung der Dämpfe flüchtiger, bei der Herstellung künstlicher Seide verwendeter Lösungsmittel.

Franz. P. 412 887; brit. P. 11 729¹⁹⁰⁸; österr. P. 47 780.

Die Vorrichtung besteht aus einem um die Spinnvorrichtung gebauten Schrank, dessen unterer Teil mit einer Saugleitung zum Abführen der Alkoholätherdämpfe in Verbindung steht¹⁾. Die Wände des Schrankes haben in der Höhe der Spinnöffnungen und der Spulen bewegliche Fenster, um diese Teile des Spinnapparates leicht zugänglich zu machen. Die Fenster sind nach oben oder unten verschiebbar und unabhängig voneinander zu bewegen.

Nach A. de Chardonnet.

146. A. de Chardonnet. Verfahren zur Wiedergewinnung in Luft enthaltener Alkohol- und Ätherdämpfe.

Franz. P. 376 785.

Bei diesem Verfahren wird von der Feststellung Gebrauch gemacht, daß Alkohol und Alkoholdämpfe in jedem Verhältnis in Wasser löslich sind, und daß Äther in jedem Verhältnis in alkoholhaltigem Wasser löslich ist. Man leitet die von Alkohol- und Ätherdämpfen zu befreiende Luft durch drei Türme oder Kammern, deren letzter fein verteiltes alkoholhaltiges Wasser zugeführt wird. Die Dampfspannung dieser Alkohol-Wassermischung darf nicht viel höher sein als die des Wassers, die Mischung muß aber so viel Alkohol enthalten, daß die letzten Ätherspuren aus der Luft aufgenommen werden. Das mit Äther angereicherte Gemisch wird dann in der zweiten Kammer fein verteilt mit der Luft in Berührung gebracht und schließlich ebenso in der ersten Kammer.

¹⁾ S. auch S. 146 und 154.

Danach wird destilliert, die Destillation wird jedoch nur so weit getrieben, daß das schließlich erhaltene Alkohol-Wassergemisch wieder in der dritten Kammer benutzt werden kann. Ihm können Mittel zur Bindung des Alkohols, z. B. Chlorkalzium, zugesetzt werden.

147. A. de Chardonnet. Wiedergewinnung von Alkohol- und Ätherdämpfen aus der Luft.

Franz. P. 377 673; D.R.P. 207 554 Kl. 39b vom 16. VII. 1907 (gelöscht).

Das Verfahren beruht auf der Verwendung hochsiedender Alkohole — Amyl-, Butyl-, Propyl-, Capryl-, Oktylalkohol — zur Absorption der Alkohol- und Ätherdämpfe. Diese Alkohole können allein oder gemischt mit Wasser oder Äthylalkohol verwendet werden. Sie gelangen, nebelförmig verstäubt, in zwei Kammern oder Türmen zur Anwendung, und zwar wird das frische Absorptionsmittel der zweiten Kammer zugeführt und da solange benutzt, bis es 1—2% Äther aufgenommen hat. Dann wird es in die erste Kammer gebracht, wo es solange benutzt wird, bis es 10—20% Äther und Alkohol aufgenommen hat. Danach wird der Alkohol und Äther abdestilliert, zweckmäßig unter Vakuum. Sollte die Luft noch nicht vollständig von Alkohol und Äther befreit sein, so wird sie in die Spinnerei zurückgeleitet. Da die Ätherdämpfe sich hauptsächlich bei der Fadenbildung, die Alkoholdämpfe dagegen beim Spulen entwickeln, so kann auch eine getrennte Abführung der Äther- und der Alkoholdämpfe erfolgen. Die Alkoholdämpfe können durch Wasser-, alkoholhaltiges Wasser oder Chlorkalziumlösung wiedergewonnen werden.

Das franz. Zusatzpatent 7727 dehnt das Verfahren auf die Wiedergewinnung von Aceton aus.

148. A. de Chardonnet. Verbessertes Verfahren zur Wiedergewinnung der Alkohol-Ätherdämpfe aus der Luft.

Franz. P. 413 359.

Um die Luft, die über die Kollodiumspinnmaschinen hinzieht, an Alkohol- und Ätherdampf zu konzentrieren, werden statt der bisher üblichen in langen Reihen angeordneten Spinndüsen hier Spinndüsen verwendet, die kreisförmig auf sich drehenden Platten angeordnet sind¹⁾, von denen jede einen Absperrhahn für die zuzuführende Spinnlösung, ein auswechselbares Filter und einen sternförmigen Fadenführer enthält, der auf einer in der Mitte der Platte angebrachten Achse beweglich ist. Steht die Spinnmaschine still, so wird die Spinnplatte durch eine übergedeckte Platte luftdicht abgeschlossen. Um beim Abspulen der noch Alkohol enthaltenden Fäden Alkoholverluste zu vermeiden, werden die Spulen in Wasser gelegt und vor dem Abspulen mit einer leichten zylindrischen Hülle aus z. B. Aluminium umgeben, die sich mit der Spule dreht; das abgeschleuderte alkoholhaltige Wasser wird durch eine andere Hülle aufgefangen. Die Alkohol und Äther enthaltenden Dämpfe werden in Plattentürmen 1. mit Amylalkohol oder anderen

¹⁾ Siehe S. 109.

hochsiedenden Alkoholen von Alkohol und Äther befreit, 2. durch verdünnten Äther und Alkohol wird der Amylalkohol zurückgehalten, und 3. werden durch Wasser der Äthylalkohol und Reste von Amylalkohol und Äther aufgefangen. Der aus dem ersten Plattenturm kommende Amylalkohol wird in einer Kolonne von Alkohol und von Äther befreit. In einer zweiten Rektifikationskolonne wird der aus dem zweiten Turm kommende Alkohol behandelt, dazu gibt man auch das Wasser aus dem dritten Turm. (7 Zeichnungen.)

Nach Société pour la fabrication en Italie de la soie artificielle par le procédé de Chardonnet.

149. Société pour la fabrication en Italie de la soie artificielle par le procédé de Chardonnet, Paris. Verfahren zur Wiedergewinnung des Gemisches von Alkohol und Äther, das in den aus Kolloidum durch Verspinnen an der Luft hergestellten künstlichen Gespinsten enthalten ist.

D.R.P. 203 649 Kl. 29b vom 1. II. 1907 (gelöscht); franz. P. 367 803.

Das Verfahren besteht darin, daß die erhaltenen Gebilde kurz nach ihrer Bildung gewaschen werden. Es ist bekannt, auf Spulen aufgewickelte künstliche Fäden durch Berieselung zu waschen. Eine derartige Behandlung ist jedoch für Nitrozellulosefäden der in Betracht kommenden Art nicht zweckmäßig, weil diese auf den Spulen sehr kompakt gelagert sind und deshalb zur völligen Erschöpfung lange Zeit, etwa 12–24 Stunden, hindurch der Wirkung herunterrieselnden Wassers ausgesetzt werden müssen. Infolgedessen wird der Alkohol in einer solchen Verdünnung gewonnen, daß seine Aufarbeitung nicht nutzbringend ist. Demgegenüber werden gemäß der Erfindung die Fäden in ganz kurzer Zeit, innerhalb ungefähr $\frac{1}{2}$ Stunde, völlig alkoholfrei ausgewaschen. Die dabei erhaltene Alkoholätherlösung ist außerdem konzentriert, etwa 15proz. Es gelingt dies dadurch, daß man die Fäden während des Aufrollens auf die Spulen wäscht. Zur Ausführung des Verfahrens wird die Waschflüssigkeit mittels einer mit kleinen Ansatzrohren versehenen Leitung zugeführt. Diese Rohre münden oberhalb der Spulen oder Walzen, auf die die Fäden aufgewickelt werden. Die Flüssigkeit wird in einem unterhalb der Spulen oder Walzen aufgestellten Behälters gesammelt und darauf rektifiziert. Das Waschen kann mit reinem Wasser oder mit Wasser erfolgen, in dem gewisse Mengen eines Kalium-, Magnesium- oder anderen Metallsalzes gelöst sind. Der Vorgang wird in letzterem Falle günstig beeinflusst. Außerdem werden die auf diese Weise erhaltenen Fäden mit Stoffen imprägniert, die ihre Entzündung beim Drehen und Zwirnen verhindern.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung des Gemisches von Alkohol und Äther, das in den aus Kolloidum durch Verspinnen an der Luft hergestellten künstlichen Gespinsten enthalten ist, dadurch gekennzeichnet, daß die Gebilde beim Aufspulen mit reinem Wasser oder mit Wasser gewaschen werden, in dem ein Kalium-, Magnesium- oder ein anderes Metallsalz gelöst ist.

Eine Vorrichtung zur Ausführung dieses Verfahrens beschreibt

150. das franz. Zusatzpatent 7469.

Die Waschlüssigkeit läuft um, sie wird durch Trommeln, die sich in einem Troge drehen, auf die Spulen übertragen, die durch Reiben von den Trommeln in Umdrehung versetzt werden. (3 Zeichnungen.)

Vgl. hierzu auch A. v. Vajdafy, Chem.-Ztg. 1909, S. 285, und Repertorium 1910, S. 75.

151. Société pour la fabrication en Italie de la soie artificielle par le procédé de Chardonnet. Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel aus Produkten, die aus Nitrozellulose hergestellt sind.

Franz. P. 371 985.

Die Produkte werden in einem geschlossenen Gefäß mit einem Strom von Wasserdampf, der überhitzt sein kann, bei gewöhnlichem oder vermindertem Druck behandelt. Die flüchtigen Lösungsmittel werden ausgetrieben und in Kühlern oder Kolonnen für fraktionierte Kondensation abgeschieden.

Nach Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet.

152. Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet. Verfahren zur Wiedergewinnung der Dämpfe von Äther, Alkohol, Aceton usw. aus der Luft von Fabriken.

Franz. P. 387 054.

Die Luft wird mit Kompressionskühlmaschinen, wie sie von Linde, Loumiet, Pictet, Georges Claude u. a. angegeben sind, abgekühlt. Vorher kann eine Anreicherung der Luft an Lösungsmitteldämpfen durch Zentrifugieren vorgenommen werden, da die großen Verschiedenheiten in der Dichte eine Trennung ermöglichen.

Nach Fournaud.

153. J. Fournaud. Wiedergewinnung der Dämpfe flüchtiger Lösungsmittel und besonders der Ätherdämpfe von der Verspinnung viskoser Stoffe.

Franz. P. 416 064.

Die Spinnöffnungen liegen in Räumen, die von Schirmen rechts und links gebildet sind¹⁾. Der eine der Schirme ist umklappbar, so daß die Arbeiterin leicht zu den Spinnöffnungen gelangen kann. Nahe der Spinnöffnung sind im unteren Teile der Räume Öffnungen angebracht, durch die die Ätherdämpfe nach unten abgesaugt werden. (1 Zeichnung.)

¹⁾ Siehe S. 146 und 151.

Nach Sauverzac.

154. J.-M. de Sauverzac. Wiedergewinnung des zum Lösen von Nitrozellulose verwendeten Alkohols und Äthers.

Franz. P. 420 086.

Zur Wiedergewinnung des Alkohols und Äthers wird ein Gemisch von Wasser, Alkohol und einem Chlorid, z. B. Aluminiumchlorid¹⁾ oder Natriumchlorid, oder auch ein organisches Tetrachlorid, z. B. Tetrachlorkohlenstoff, verwendet. Diese Mischung, z. B. 400 Gewte. Wasser, 600 Gewte. Alkohol, 200 Gewte. Aluminiumchlorid, nimmt die Lösungsmittel auf, die dann durch fraktionierte Destillation wiedergewonnen werden. Das Tetrachlorid kann auch rein angewendet werden²⁾.

Nach Wohl.

155. Dr. A. Wohl, Danzig-Langfuhr. Verfahren zur Wiedergewinnung der flüchtigen Lösungsmittel für Zelluloseester aus mit den Dämpfen dieser Lösungsmittel beladenen Gasen. D.R.P. 241 973 Kl. 29b vom 13. XI. 1910 (gelöscht); franz. P. 435 742; brit. P. 23 995¹⁹¹¹.

Die Wiedergewinnung der flüchtigen Lösungsmittel für Nitrozellulose und Zelluloseester organischer Säuren erfolgt bisher so, daß die mit den Dämpfen dieser Lösungsmittel beladene Luft mit schwerer flüchtigen Absorptionsflüssigkeiten gewaschen und die Lösungsmittel dann durch Destillation abgetrieben werden.

Eine vorteilhaftere Wiedergewinnung ist erzielbar, wenn man die mit den Dämpfen und Tröpfchen des Lösungsmittels beladene Luft statt in eine Absorptionsflüssigkeit über die fein verteilten festen Zelluloseester leitet, wo sie direkt durch Absorption zurückgehalten werden. Zweckmäßig verteilt man die absorbierende Schicht auf mehrere hintereinander geschaltete Gefäße und arbeitet mit Gegenstrom. Die Absorption wird durch starke Kompression der Gase und passende Kühlung gefördert.

Patentsanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung der flüchtigen Lösungsmittel für Zelluloseester aus mit den Dämpfen dieser Lösungsmittel beladenen Gasen, dadurch gekennzeichnet, daß die Gase über frische Mengen Zelluloseester geleitet werden.

Nach Chandelon.

156. Dr. Th. Chandelon, Fraipont, Belgien. Verfahren zur Wiedergewinnung in der Luft enthaltener Alkohol- und Ätherdämpfe.

D.R.P. 254 913 Kl. 29b vom 22. II. 1912 (gelöscht); belg. P. 254 511.

Die Chlor-, Brom- und Nitroderivate der aliphatischen und aromatischen Kohlenwasserstoffe mit einem Siedepunkt von über 100° C

¹⁾ Die genannten Lösungen sollen anscheinend beim Naßspinnen das Wasser ersetzen. Welche Vorteile sie bieten, ist nicht gesagt.

²⁾ Über die Benutzung konzentrierter wässriger Lösungen von Kalzium-, Magnesium- oder Zinkchlorid zur Aufnahme von Alkoholen oder Aceton aus wässrigen Flüssigkeiten vgl. franz. P. 441 551, S. 157.

können dazu benutzt werden, die Luft von den Alkohol- und Ätherdämpfen, mit denen sie geschwängert ist, zu befreien. Diese Körper besitzen ein ganz erhebliches Absorptionsvermögen für Alkohol und Äther und geben diese nur langsam und schwer an den Luftstrom ab, der darüberstreicht. Infolge ihrer schwachen Dampfspannung werden sie von dem durchstreichenden Luftstrom nicht oder fast nicht mitgerissen, und infolge ihres hohen Siedepunktes geben sie bei der Destillation den gelösten Alkohol und Äther leicht wieder ab, ohne selbst mitgeführt zu werden, und können endlich sofort nach ihrer Wiederabkühlung für eine neue Absorption verwendet werden, derart, daß die erforderlichen Einrichtungen auf ein Mindestmaß beschränkt werden können. Als Absorptionsapparat können außer Türmen oder Etagenkolonnen geschlossene, vorteilhaft reihenweise in Kaskaden angeordnete, das Lösungsmittel enthaltende Behälter benutzt werden, durch die die Luft in Blasen aufsteigt¹⁾; überhaupt jede Einrichtung, die eine innige und wiederholte Berührung der Luft mit dem Lösungsmittel gestattet. Das Lösungsmittel, das auf diese Weise die Alkohol- und Ätherdämpfe aufgenommen hat, wird hierauf in einen Destillierapparat gebracht, dort nach und nach auf 100° C erwärmt und bis zur völligen Abdestillation des Alkohols und Äthers auf dieser Temperatur gehalten. Nach dem Abkühlen wird es für eine neue Absorption benutzt.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung in der Luft enthaltener Alkohol- und Ätherdämpfe, gekennzeichnet durch die Verwendung der oberhalb 100° C siedenden Chlor-, Brom- oder Nitroderivate der Kohlenwasserstoffe der aliphatischen oder aromatischen Reihe oder von Gemischen dieser Stoffe als Absorptionsmittel.

Nach Duclaux.

157. J. Duclaux. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide und anderen Produkten aus Nitrozellulose.

Franz. P. 16 214, Zusatz zum franz. P. 439 721.

In dem Hauptpatent²⁾ ist ein Verfahren zur Wiedergewinnung von Methyl- und Äthylformiat beschrieben, die in Dampfform von der Luft bei der Herstellung der Chardonnatseide mitgeführt werden. Es besteht darin, daß man die Formiatdämpfe durch eine alkalische Lösung absorbiert, die das Formiat verseift, die Ameisensäure wird als nicht flüchtiges Formiat erhalten, der Methyl- oder Äthylalkohol werden durch die alkalische Lösung zurückgehalten oder durch Gefäße, durch die man den Luftstrom gehen läßt. Es ist nun nicht erforderlich, zum Zurückhalten der Dämpfe des Formiats eine alkalische Lösung wie Natronlauge oder Kalkmilch anzuwenden. Infolge der großen Schnelligkeit der Auflösung dieser Dämpfe und ihrer leichten Zersetzlichkeit kann jedes alkalisch reagierende Salz, z. B. ein Phosphat, Karbonat oder Borat oder auch eine Suspension einer selbst wenig löslichen Base,

¹⁾ Eine derartige Absorptionsvorrichtung beschreibt z. B. das Ver. St. Amer. P. 1 022 416.

²⁾ Siehe S. 50.

z. B. Magnesium- oder Zinkoxyd, verwendet werden. Es ist auch nicht nötig, daß die mit den Dämpfen beladene Luft durch die Lösung geht, es genügt, daß die Berührungsfläche zwischen den Gasen und dem Absorptionsmittel möglichst groß ist. Man läßt z. B. die Lösung in Tropfen durch den Gasstrom fallen oder leitet den Gasstrom durch ein Gefäß, welches mit Stücken unlöslichen Stoffs gefüllt ist, die mit der alkalischen Flüssigkeit berieselt werden. Es wurde ferner gefunden, daß die Absorption der Methyl- und Äthylalkoholdämpfe, die bei der Zersetzung des Ameisensäuremethyl- und -äthylesters entstehen, in derselben alkalischen Lösung geschehen kann, die diese Zersetzung bewirkt. Zu diesem Zwecke genügt es, den Absorptionsapparat statt mit Wasser mit der alkalischen Lösung zu beschicken, deren Menge und Stärke so zu berechnen ist, daß alle Ameisensäure und aller Alkohol aufgenommen wird und freies Alkali beim Verlassen der Vorrichtung nicht mehr vorhanden ist. Für eine Temperatur von 18° und einen Gehalt an Ester von 10 g im Kubikmeter Luft kann z. B. eine Kalkmilch von 5% verwendet werden. Es fließt dann aus den Absorptionsapparaten eine Lösung von Kalziumformiat und Alkohol ab, die man nur mit einer Säure zu versetzen und wieder zu destillieren braucht, um ohne Rektifikation den Ameisensäureester wiederzugewinnen.

Nach Delpech.

158. J. Delpech. Wiedergewinnung flüchtiger, bei der Herstellung plastischer Massen aus Nitrozellulose verwendeter Lösungsmittel.

Franz. P. 441 551.

Plastische Gegenstände aus Nitrozellulose werden dadurch von flüchtigen Lösungsmitteln befreit, daß sie in wäßrigen Lösungen hygroskopischer Salze, z. B. von Kalzium-, Magnesium- oder Zinkchlorid, behandelt werden. Diese Lösungen haben, besonders wenn sie warm und konzentriert sind, eine große Affinität zu den flüchtigen Lösungsmitteln, welche dadurch absorbiert und dann durch Destillation wiedergewonnen werden.

159. J. Delpech, Paris. Verfahren zur Wiedergewinnung der flüchtigen Lösungsmittel beim Verspinnen von Kollodium auf Kunstseide und andere Gespinnstfasern.

Belg. P. 263 359.

Man spinnst in wässrige Lösungen von Körpern, die zugleich in Wasser und Alkohol löslich sind und deren wässrige Lösungen für Alkohol eine größere Aufnahmefähigkeit haben als reines Wasser. Solche Stoffe sind Kalzium-, Magnesium-, Zink- und Aluminiumsalze, die in Wasser und in Alkohol löslich sind.

160. J. Delpech. Einrichtungen zum Trocknen von Luft, welche flüchtige Produkte enthält.

Franz. P. 576 615 vom 30. III. 1923.

Bei der Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel durch Schwefelsäure wirkt das Dünnerwerden der Säure durch die Luftfeuchtigkeit

störend. Trocknen der Luft durch Abkühlen ist teuer. Gemäß der Erfindung leitet man die Luft durch wasseraufnehmende Stoffe, wie Kalzium- oder Zinkchlorid, die aus diesen Stoffen durch Wasseraufnahme entstandene Lösung wird verdampft und das Chlorid wiederverwendet. Eine Vorrichtung zum Trocknen der Luft besteht aus einer Kammer, die der Länge nach von der Luft durchstrichen wird und in die quer zur Luftrichtung gelochte Behälter mit dem Trockenmittel eingesetzt sind. Das Trockenmittel wird in dem Maße, wie es durch Flüssigwerden unbrauchbar wird, nachgefüllt. (3 Zeichnungen.)

Nach Bergé.

161. A. Bergé, Brüssel. Verfahren zum Auffangen von Äthylalkohol und Äthyläther.

Belg. P. 250 816.

Die Erfindung besteht in der Verwendung von Ameisensäure oder Essigsäure, Amylalkohol, Tetrachloräthan und Nitrobenzol zur Fixierung von Alkohol und Äther.

Nach Lointier.

162. A.-G. Lointier, Brüssel. Einrichtung zur direkten und kontinuierlichen Wiedergewinnung der Lösungsmittel bei der Herstellung künstlicher Seide oder ähnlichen Fabrikbetrieben.

Belg. P. 253 805.

Die Einrichtung besteht darin, daß auf der ganzen Oberfläche der bearbeiteten Produkte die Luft- oder Flüssigkeitsmenge verteilt und dann wieder weggenommen wird, die gerade notwendig ist, um die Lösungsmittel zu verdampfen. Die Organe des Spinnstuhles für die Seide sind in einen Kasten mit Glasscheiben eingeschlossen.

Das

163. belg. P. 253 831

desselben Erfinders beruht auf der Verwendung von Milchsäure oder ihren Derivaten.

Nach Denis und Barbelenet.

164. M. Denis, Mons, Belgien, und S. Barbelenet, Reims, Frankr. Vorrichtung zur Wiedergewinnung der Lösungsmittel (Alkohol und Äther) durch Abkühlung der mit den Dämpfen erfüllten Luft für Maschinen zum Spinnen von künstlicher Seide aus Nitrozellulose.

D.R.P. 267 509 Kl. 29a vom 13. VIII. 1912 (gelöscht); belg. P. 248 315.

Bei der Erfindung werden die Lösungsmittel bei selbsttätiger Arbeit und ohne weitere Behandlung in ununterbrochenem Kreislauf in Rohrleitungen, die von der Abführstelle bis zur Wiedereintrittsstelle vollständig geschlossen sind, dadurch wiedergewonnen, daß man sie durch Kühlbäder führt. Zweckmäßig wird hierbei die Einrichtung derart getroffen, daß der geschlossenen Rohrleitung, in der die zunächst mit den

Dämpfen der Lösungsmittel gesättigte, dann aber von diesen Lösungsmitteln befreite Luft von der Abführstelle bis zur Wiedereinführstelle

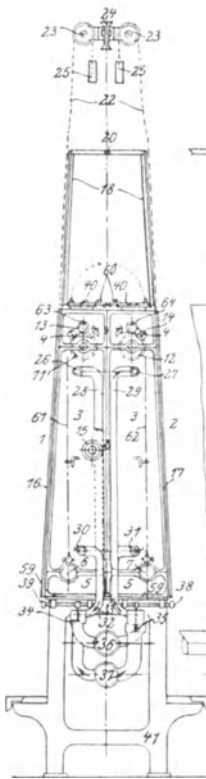


Fig. 136.



Fig. 137.

in die Spinnvorrichtung kreist, in den Kühlbädern eine ebenfalls vollständig geschlossene Rohrleitung für einen Kühlstrom entgegengeleitet wird, so daß ein gegenseitiger Austausch der Wärme- und Kältegrade zwischen dem gesättigten und als dann von der Feuchtigkeit und den Dämpfen befreiten Luftstrom einerseits und dem Kühlstrom andererseits erfolgt. Fig. 136 veranschaulicht einen senkrechten Schnitt durch die Spinnvorrichtung, während Fig. 137 eine teilweise Seitenansicht der Spinnvorrichtung und hierbei eines der Organe in zwei verschiedenen Stellungen zeigt.

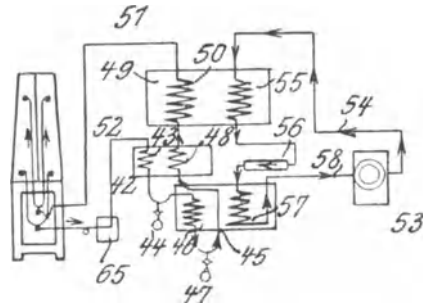


Fig. 138.

Fig. 138 endlich ist eine schematische Darstellung der gesamten Einrichtung. Die Spinnmaschine besteht aus einer Reihe von metalli-

sehen Gehäuserahmen, die in die drei Stücke 3, 4 und 5 geteilt sind, welche an den aufeinanderfolgenden Flächen abgehobelt und abgeschlichtet sind, um eine dichte Verbindung zu ermöglichen. Weiter sind noch geeignete Öffnungen und Lager vorgesehen, um einerseits den Durchtritt der Spinndüsenträger oder Verteilungsrohre 6 und 7 zu gestatten, weiterhin die drehbaren Wellen für die die Fäden aufwickelnden Walzen 11 und 12 aufzunehmen und endlich auch die hin- und hergehende Bewegung der Fadenführer 13 und 14 zu ermöglichen. Die metallischen Gehäuseteile 3, 4 und 5 sind mit mittleren Rippen versehen, zwischen welchen eine Scheibe eingekittet werden kann, die ihrerseits die Kammern 1 und 2 in einer senkrechten Ebene teilt. Die beiden so hergestellten Teile sind unten durch eine Platte 59 und oben durch eine Platte 60 derart verbunden, daß beim Niederlassen und Verschießen der in Nuten 16 und 17 geführten Schiebetüren 21 zwei luftdicht gegeneinander und nach außen abgeschlossene Kammern 1 und 2 gebildet werden, von denen jede eine Anzahl von Spinndüsen und Spulen aufweist. Das Öffnen und Schließen der Schiebetüren 21 wird dadurch erleichtert, daß die Schiebetüren 21 an Seilen 22 mit Gegengewichten 25 aufgehängt sind, wobei die Seile 22 über Seilscheiben 23 geführt sind, welche von der Schiene 24 getragen werden. Führungsleisten 18 und 19, welche durch Querbalken 20 miteinander verbunden sind, decken die Nuten 16 und 17 für die Verschiebung der Schiebetüren 21 ab. Die Fäden 61 und 62 treten nun aus den Spinndüsenträgern 6 und 7 aus und werden auf den Spulen 63 und 64 aufgewickelt. Entgegengesetzt zu dieser aufsteigenden Bewegung der Fäden wirkt ein geschlossener Luftstrom, der durch die Rohre 28 und 29 hindurchgeht und aus den mit entsprechenden Schlitz- oder Öffnungen versehenen wagerechten Rohren 26 und 27 austritt und, nachdem er den aufsteigenden Fadenschirm bestrichen hat, von neuem durch die unteren gelochten Rohre 30 und 31 wieder angesaugt wird. An der unteren Platte 59 sind Hebel 38, 39 angeordnet, welche dafür sorgen, daß bei heruntergelassener Schiebetür 21 die Klappen 34 für die Saugleitung und 35 für die Druckleitung (derselben Seite) geöffnet gehalten werden und somit der geschlossene Kreislauf der Luft gewährleistet wird, während andererseits bei dem geringsten Anheben der mit Fensterscheiben versehenen Schiebetüren die Klappen oder Ventile 34 und 35 geschlossen werden und somit die Saug- und Druckwirkung für den kreisenden Luftstrom unterbrochen wird. In der oberen Platte 60 des Gehäuses sind auf den beiden Seiten 1 und 2 noch luftdicht schließende Türen, Schieber od. dgl. 40 vorgesehen, welche die Möglichkeit schaffen, die Spulen 63 und 64 herauszunehmen und wieder einzusetzen, ohne hierzu die mit Scheiben versehenen Schiebetüren 21 öffnen zu müssen. Die mit Öffnungen versehenen Querrohre 30 und 31 sind durch Rohre 32 und 33 mit der Saugkammer 36 einer Saug- und Druckpumpe 65 von bestimmter Leistung verbunden. Diese Pumpe drückt die angesaugten Dämpfe mit einer für das Spinnen geeigneten Temperatur (ungefähr + 20°) in eine Schlange 43, die sich ihrerseits in einem mit Salzwasser gefüllten Behälter 42 befindet. Am anderen Ende, dem Austrittsende

des Gehäuses 42, hat die Druckleitung geeignete Einrichtungen 44 zur Aufnahme der in der Schlange 43 verdichteten oder verflüssigten Stoffe. Der Druckstrom der Pumpe 65 geht dann weiterhin durch eine Schlange 46, die in einem Behälter 45 liegt, der eine bis zu -35° abkühlbare Flüssigkeit enthält. Am Austrittsende dieses Kühlbehälters 45 ist eine weitere Reihe von Aufnahmebehältern 47 für die in der Kühlschlange 46 verflüssigten Stoffe angeordnet. Von dort gelangt der Druckstrom bei 48 in eine Schlange, die sich in dem Salzwasserbad 42 befindet, welches auch die Schlange 43 aufnimmt. Nachdem die Druckleitung den Behälter 42 verlassen hat, bildet sie dann weiterhin eine Schlange 50, welche sich in dem Behälter 49 befindet, der einerseits noch eine weitere Schlange 55 aufnimmt. Die vorerwähnte Luftmenge wird endlich durch die Rohre 51 und 52 zu den Gehäuseteilen 1 und 2, nämlich zu den Austrittsrohren 26 und 27 geleitet, so daß also der Luftstromkreis geschlossen wird. Um nun in dem Behälter 45 die dort vorhandene Flüssigkeit auf die Temperatur von -35° herabzukühlen, ist in dem Behälter 45 noch eine Schlange 57 angeordnet, und zwar entweder neben oder aber zwischen den Windungen der Schlange 46, durch welche der vorerwähnte geschlossene Luftstrom kreist. Die Schlange 57 bildet einen Teil eines Kühlstromkreises, der aus dem Kompressor 53, 58 des hier als Ausgangsmittel angenommenen Ammoniakgases, den Kühlschlangen 54 und 55 des vor der Expansion komprimierten Gases, dem Verdunster 56 und endlich der bereits erwähnten, zur Abkühlung der in dem Behälter 45 vorhandenen Flüssigkeit dienenden Schlange 57 besteht.

Die Vorrichtung arbeitet folgendermaßen. Die mit den Dämpfen des Lösungsmittels und mit Feuchtigkeit geschwängerte Luft wird bei $+20^{\circ}$ mittels der Pumpe 65 durch die Rampen 30, 31 und die Rohre 32 und 33 aus den Gehäuseteilen 1 und 2 angesaugt. Mit dem Eintreten in die Schlangen 43 beginnt die Abkühlung der Luft, da sich diese Schlange 43 in dem Bad 42 befindet, welches auch die Schlange 48 aufnimmt, die die Luft auf einer Temperatur von wenigstens -20° erhält. Das Bad 42 weist jedenfalls eine Temperatur auf, welche unter Null liegt, so daß die in der Luft enthaltene Feuchtigkeit niedergeschlagen wird, um nunmehr in den Behältern 44 aufgenommen zu werden. Die nunmehr bereits unter Null herabgekühlte Luft tritt alsdann in die Schlange 46 ein, die sich in dem Bad von -35° befindet. In dieser Schlange 46 werden die von der Luft mitgeführten Dämpfe des Lösungsmittels ebenfalls verflüssigt, um in den Behältern 47 aufgenommen zu werden. Die Luft, der nunmehr die Feuchtigkeit und die Dämpfe des Lösungsmittels entzogen sind, gelangt alsdann in die Schlange 48, wo sie beim gleichzeitigen Vorhandensein der Schlange 43 einen Teil ihrer Kälte verliert. In dem Bad 49 findet eine weitere Erwärmung der Luft statt, da dieses Bad 49 diejenigen Kalorien aufnimmt, welche von der Kompressionsschlange 55 der Kühlmaschine aufgebracht werden. Die Luft gelangt also, indem sie sich auf ihrem Weg in den Rohren 51, 52 und 37 wieder erwärmt, mit der erforderlichen Temperatur von $+20^{\circ}$ wieder in die Kammern 1 und 2.

Es ergibt sich also aus Vorstehendem, daß die beiden geschlossenen Stromkreise, nämlich einerseits der Kühlstromkreis und andererseits der Kreis der zuerst gesättigten und dann wieder von der Feuchtigkeit und den Dämpfen befreiten Luft, einen ständigen Austausch der bei der mechanischen Arbeit erzeugten Wärme- und Kältegrade vornehmen oder erfahren. Da nun der Kreislauf derjenigen Luftmenge, welche das Verdampfen der Lösungsmittel für das Fadengut in den Räumen 1 und 2 besorgt, einen vollständig geschlossenen Kreislauf darstellt, so vollzieht sich die Wiedergewinnung der mitgeführten Lösungsmittel unter gleichbleibenden Verhältnissen, und zwar ohne jedwede Sorgfalt, die bei den bekannten Vorrichtungen für die Behandlung der nur unvollständig von den Dämpfen befreiten Luft aufzuwenden ist. Bei dem Gegenstand der Erfindung ist also der Stromkreis vollständig geschlossen, was den Vorteil zur Folge hat, daß alles dasjenige, was nicht bei dem ersten Durchlauf dieses Kreises niedergeschlagen und wiedergewonnen wurde, nunmehr doch bei dem nächsten Kreislauf unbedingt wiedergewonnen wird.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Wiedergewinnung der Lösungsmittel (Alkohol und Äther) durch Abkühlung der mit den Dämpfen erfüllten Luft für Maschinen zum Spinnen von künstlicher Seide aus Nitrozellulose, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösungsmittel zwecks selbsttätiger Arbeit und ohne weitere Behandlung in ununterbrochenem Kreislauf in Rohrleitungen, die von der Abführstelle bis zur Wiedereintrittsstelle vollständig geschlossen sind, wiedergewonnen werden, indem man die mit den Lösungsmitteln gesättigte Luft und damit auch die Lösungsmittel durch Kühlbäder führt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß derjenigen geschlossenen Leitung, in der die zunächst mit den Lösungsmitteln gesättigte und alsdann von diesen Lösungsmitteln befreite Luft von der Abführstelle bis zur Wiedereintrittsstelle in die Spinnmaschine vollständig abgeschlossen kreist, in den Kühlbädern eine ebenfalls vollständig geschlossene Kreisleitung für einen Kühlstrom entgegengeleitet wird, so daß ein gegenseitiger Austausch der Wärme- und Kältegrade zwischen dem gesättigten und alsdann von der Feuchtigkeit und den Dämpfen befreiten Luftstrom einerseits und dem Kühlstrom andererseits erfolgt.

Nach Frischer.

165. H. Frischer, Köln. Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel.

Brit. P. 7098¹⁹¹⁵.

Flüchtige, von Naphtha verschiedene Lösungsmittel, die bei der Herstellung von Kunstseide usw. benutzt werden, werden dadurch wiedergewonnen, daß die gekühlten Dämpfe und die Luft oder anderen Gase, mit denen sie verdünnt sind, durch Flüssigkeiten geleitet werden, welche dieselbe oder annähernd dieselbe Zusammensetzung haben wie die zu kondensierenden Lösungsmittel, und daß schließlich die letzten Spuren des Lösungsmittels durch Emulsionen pflanzlicher oder tierischer Öle mit Wasser zurückgehalten werden.

Nach Barbet et Fils et Cie.

166. E. Barbet et Fils et Cie., Paris. Wiedergewinnung von Äther-Alkoholdämpfen aus der Luft von Pulverfabriken, Fabriken künstlicher Seide usw.

Franz. P. 502 481 vom 7. X. 1915; brit. P. 101 723; Ver. St. Amer. P. 1 326 432.

Die von Äther und Alkohol zu befreiende Luft wird in einem mit Platten ausgestatteten Turm aus säurefestem Stoff Schwefelsäure geeigneter Stärke entgegengeleitet, welche die Platten berieselt. Sie wird dann in einem zweiten Turm durch fein verteiltes Wasser von mitgerissener Säure befreit. Die mit Äther und Alkohol beladene Säure geht in eine vertieft angeordnete Bleischlange, in der sie während des Aufsteigens erhitzt wird. Die hierbei entstehende Emulsion von Äther-, Alkohol-, Wasserdampf und Säure gelangt dann in zwei weitere Gefäße, von denen das erste Röhren zur Regelung der Temperatur, das zweite Platten enthält. In diesem scheidet sich die Säure, welche in den Absorptionsturm zurückgeführt wird, von dem Gemisch von Alkohol-, Äther- und Wasserdämpfen, das in einem weiteren Behälter kondensiert wird. (Zeichnung.)

167. Barbet et Fils et Cie., Paris. Wiedergewinnung von Lösungsmitteldämpfen aus Luft.

Franz. P. 22 120, Zusatz zum P. 502 481; brit. P. 101 875.

In Anlagen zum Wiedergewinnen von Äther und Alkohol aus der Luft von Fabriken ist jede der Leitungen, welche die Luft aus den Vorräumen fortleiten, mit einer Vorrichtung zum Anzeigen der Dichte der dampfbeladenen Luft und mit einer Klappe verbunden. Die Vorrichtung zum Anzeigen der Dichtigkeit besteht aus einem Wagebalken *B* (Fig. 139), der auf einer, auf einer Säule angebrachten Schneide *F* ruht und an einem Ende einen mit Luft gefüllten Behälter *A* und an dem anderen Ende einen über einer Skala *E* schwingenden Zeiger trägt. Ein verschiebbares Gewicht *C* dient dazu, den Apparat einzustellen, so daß der Zeiger auf Null steht, wenn die Kammer mit alkoholfreier Luft gefüllt ist. Zur Sicherung der Gleichgewichtslage dient das Gewicht *G*. Die Klappe *a* in der Luftleitung *H* wird von Hand oder automatisch durch den Verbindungsstab *Q* eingestellt. Zum Ausgleich von Veränderungen des atmosphärischen Druckes können geeignete Gewichte in die Pfanne *P* eingelegt werden, oder man setzt den Behälter *A* dadurch mit der Atmosphäre in Verbindung, daß man den Arm *L* und den zentralen Teil *M* des Wagebalkens hohl macht und ein Rohr *N* nach außen leitet.

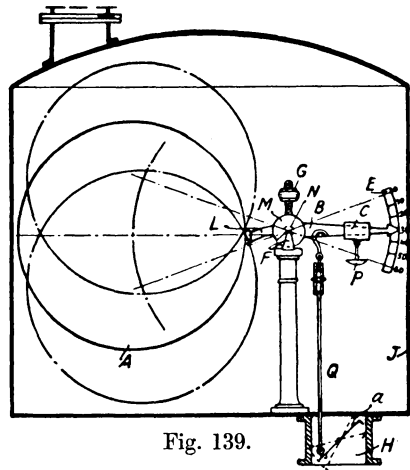


Fig. 139.

Nach dem weiteren

168. franz. Zusatzpatent 22 185 vom 10. V. 1916

wird, um der mit den Dämpfen beladenen Schwefelsäure den richtigen Feuchtigkeitsgehalt zu geben, nicht wie bei dem Hauptpatent mit Wasser, sondern mit Alkohol verdünnt. Es soll dadurch eine möglichst hohe Ausbeute an Alkohol erzielt werden.

Weitere Einzelheiten der Absorptionseinrichtung und der Säureaufarbeitung betreffen die

Franz. Zusatzpatente 23 126 v. 31. VIII. 1916, 23 127 v. 21. XII. 1916 und 23 130 v. 20. VI. 1917.

Nach Soc. Bouchayer und Paris.

169. Société J. Bouchayer et Paris et Cie. Apparateanordnung zum Wiedergewinnen von Alkohol-Ätherdämpfen.

Franz. P. 494 107 vom 16. II. 1918.

Die die Lösungsmitteldämpfe enthaltende Luft wird in einer ersten Kolonne von oben herabrieselnder Schwefelsäure entgegengeführt. Die Kolonne ist durch einfache wagerechte Wände unterteilt, die mit nach unten offenen, oben geschlossenen Stützen versehen sind, von denen die einen die Gase, die anderen die Schwefelsäure hindurchtreten lassen. Die aus der ersten Kolonne ablaufende Schwefelsäure wird in derselben Weise in einer zweiten Kolonne zur Behandlung entgegengeleiteter Luft verwendet. Die Luft aus der ersten Kolonne wird in einem Kühler mit besonders großer Oberfläche durch Wasser gekühlt, von einem Teil des mitgeführten Alkohols und Äthers befreit und gelangt dann in eine zweite Kolonne. Die mit Alkohol und Äther angereicherte Schwefelsäure wird durch überhitzten Dampf von Alkohol und Äther in einer besonderen Kolonne befreit, die Schwefelsäure wird konzentriert. (2 Zeichnungen.)

Nach Kniffen.

170. F. Kniffen (E. I. du Pont de Nemours Powder Co.), Wilmington. Vorrichtung zum Wiedergewinnen von Lösungsmitteln.

Ver. St. Amer. P. 1 236 719.

Man läßt einen Gasstrom durch einen Verdampfraum und einen darunter angeordneten Verdichtungsraum umlaufen. Die beiden Räume sind durch senkrechte Röhren miteinander in Verbindung, eine Kühlschlange ist in der Röhre angeordnet, welche von dem Verdampfraum zu dem Verdichtungsraum führt, und eine Heizschlange in der Röhre, welche das Gas zu dem Verdampfraum zurückleitet.

Nach Persch.

171. P. Persch, Köln-Braunsfeld. Verfahren und Einrichtung zum Kondensieren und Wiedergewinnen von verflüchtigten Lösungsmitteln.

Schweiz. P. 78 099.

Das Gemisch von Gas und Lösungsmitteldampf wird zuerst auf die Siedetemperatur des betreffenden Lösungsmittels erwärmt und alsdann

sofort einer starken Kühlung unterworfen, wodurch sich das Lösungsmittel abscheidet. Auf diese Weise gelingt es, beide Bestandteile nahezu vollständig voneinander zu trennen.

Nach Craig, Robertson, Masson und Drummond.

172. Craig, Robertson, Masson und Drummond. Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel.

Brit. P. 129 024.

Zur Wiedergewinnung von Äther aus Luft wird die Luft mit Alkoholdampf gesättigt, und der ganze Dampf wird dadurch kondensiert, daß man die Luft in Berührung mit flüssigem Alkohol bringt. Die dampfbeladene Luft wird durch einen Turm geleitet, wie er in dem brit. P. 25 993¹⁹⁰¹ ¹⁾ beschrieben ist, in welchem auf 0° abgekühlter Alkohol herunterrieselt; der verbliebene Alkoholdampf wird in einem zweiten Turm durch kaltes Wasser, Salzsole oder Säure absorbiert. Eine Reihe Türme kann verwendet werden, in diesem Falle braucht der Alkohol nicht gekühlt zu werden.

Nach Lehner.

173. Dr. A. Lehner, Berlin-Tempelhof. Verfahren zur Wiedergewinnung durch Schwefelsäure absorbierbarer Dämpfe aus Luftgemischen.

D.R.P. 303 396 Kl. 29b vom 10. IX. 1916 (gelöscht).

Zur Absorption von Äther und Alkohol mit Schwefelsäure aus der Abluft von Kunstseidefabriken haben sich die Kammertürme infolge ihrer stetigen Arbeit und vorzüglichen Leistung steigenden Eingang verschafft und Glovertürme sowie alle zeitweise arbeitenden Verfahren fast völlig verdrängt. Die Wirkungsweise der Kammertürme beruht darauf, daß die Schwefelsäure durch eine Anzahl flacher, übereinanderliegender Kammern von oben nach unten läuft, während die Luft die Kammern von unten nach oben durchstreicht und dabei durch die Schwefelsäure in jeder Kammer hindurchgedrückt wird. Wesentlich für die Wirkungsweise der Kammertürme in ihrer bisherigen Anwendung zur Absorption von Äther und Alkohol ist der stetige Zulauf und Ablauf der Säure in und aus einer jeden Kammer und die damit verbundene gleichbleibende Höhe ihres Säurespiegels. Dabei wird die Säure einer jeden Kammer durch Führungswände vom Einlauf bis zum Überlauf geleitet, und es hat sich gezeigt, daß der Säureverbrauch der Kammertürme um so geringer ist, je besser die Führung der Säure ist. Da aber mit der Führung der Säure in immer schmäleren Gängen auch die Luftverteilung, die in die Säure einbließ, feiner verzweigt werden mußte, führte dies Bestreben zu immer teureren und umständlicheren Anordnungen der Luftverteilung. Dasselbe gilt für die Säurekühlung.

¹⁾ Einem mehrfach unterteilten Gasstrom entgegen fließt langsam von oben Flüssigkeit, die durch in langem Zickzackwege geführte Dochte od. dgl. eine große Oberfläche bietet.

Durch nachstehendes Verfahren wird dieser Übelstand beseitigt. Jede Säureführung innerhalb einer Kammer wird dadurch überflüssig, der Einlauf der frischen, wie der Auslauf der gesättigten Säure erfolgt wie bisher selbsttätig, aber der Säureverbrauch ist geringer als bei den bisher gebauten Kammertürmen mit bestverzweigter Säureführung. Der Kammerturm Fig. 140 besteht aus drei Kammern 1, 2 und 3. Die frische Säure tritt in den Vorbehälter 4, die angereicherte Säure in den Nachbehälter 5, von dem sie durch das Auslaufrohr 6 zur Destillation kommt. Der Vorbehälter 4 sowie eine jede der Kammern 1, 2 und 3 ist mit einem Heberverschluß 7 *a-d* versehen, der in einem Gehäuse 8 *a-d* sitzt. Die Gehäuse stehen durch die Rohre 9 *a-d* mit der Säure

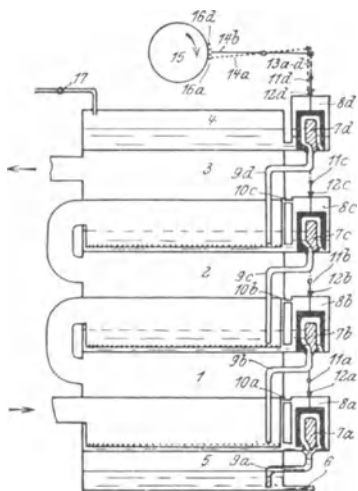


Fig. 140.

und durch 10 *a-c* mit dem Luftraum der Kammern in Verbindung. Jeder Heberverschluß ist fest mit einer Stange 11 *a-d* verbunden, die durch eine Führung 12 *a-d* gehalten wird. Die Stangen sind durch Schienen oder Ketten 13 *a-d* mit Hebeln 14 *a-d* verbunden, die mit ihren freien Enden in die Bahn eines sich langsam drehenden Rades 15 ragen, das mit vier dem Umfang nach und auch seitlich versetzten Nocken 16 *a-d* versehen ist. Die Wirkungsweise ist nun folgende: Es sei eine jede Kammer in richtiger Höhe mit Säure gefüllt. Die Umdrehungszahl des Rades 15 wird nun so weit geregelt, daß der erste Nocken 16 *a* den zugehörigen Hebel 14 *a* für einige Sekunden abwärts drückt, und zwar gerade dann, wenn die Anreicherung der

untersten Kammer 1 ihr Höchstmaß erreicht hat. Durch diesen Druck auf das Hebelende öffnet sich der Heberverschluß 7 *a*, Säure aus Kammer 1 tritt in das Ablaufrohr und saugt den Heber an, sobald der Nocken 16 *a* den Hebel 14 *a* freigelassen hat. Dadurch entleert sich die Säure der Kammer 1 in den Nachbehälter 5, aus dem sie durch das Rohr 6 langsam und gleichmäßig abfließt. Bis die Kammer 1 leer ist, hat sich das Rad 15 so weit gedreht, daß nun der Nocken 16 *b* den Hebel 14 *b* berührt. Dadurch hebt sich die Säure der Kammer 2 in die Kammer 1. Ebenso bei Eingriff des dritten Nockens 16 *c* die Säure der Kammer 3 nach Kammer 2. Dasselbe tritt durch Nocken 16 *d* mit der Säure des Vorbehälters 4 ein, die nach Kammer 3 fließt. Die Füllungen der Kammern gehen schnell und scharf hintereinander vor sich. Sie sind durch die Umdrehungszahl des Rades 15 sowie durch die Stellung der Nocken genau regelbar. Die Füllung des Vorbehälters erfolgt selbsttätig und langsam, zweckmäßig durch Einstellung des Skalenhahnes 17. Die mechanische Betätigung eines Heberverschlusses kann unterbleiben, wenn die Anreicherung der zu absorbierenden Dämpfe in der Luft so groß ist, daß die Volum-

zunahme der Säure genügt, um ein hinreichendes Steigen des Säurestandes und dadurch ein selbsttätiges Ansaugen des Hebers zu bewirken.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung durch Schwefelsäure absorbierbarer Dämpfe aus Luftgemischen in Kammertürmen, dadurch gekennzeichnet, daß bei hintereinander geschalteten Kammern die angereicherte Schwefelsäure der untersten Kammer zeitweise durch Heberwirkung oder gesteuerte Entleerungsvorrichtungen abgezogen wird, worauf die Kammer sich mit der Säure der in gleicher Weise entleerten höheren Kammer füllt.

Nach Herrmann.

174. F. Herrmann, Maschinenfabrik, Köln-Bayenthal. Verfahren zur Wiedergewinnung von durch Schwefelsäure absorbierten Dämpfen.

D.R.P. 300 733 Kl. 29b vom 6. III. 1917 (gelöscht).

Bei der Wiedergewinnung von Äther und Alkohol mittels Schwefelsäure werden Säuregemische erhalten, aus denen der Äther und Alkohol nach Zusatz von Wasser durch Wasserdampf abgetrieben wird. Zur stetigen Destillation des Säuregemisches dient bisher allgemein eine Art von Rieseltürmen, bei denen das Säuregemisch gleichzeitig mit Wasser oben eintritt und auf Bleiverteilern oder Tonzylindern nach unten läuft, während Wasserdampf unten eintritt und nach oben wirkt. Oben tritt Äther-, Alkohol- und Wasserdampf aus dem Turm, unten die durch Wasser verdünnte Schwefelsäure. Diese Türme sind in Nitrozellulose verarbeitenden Fabriken in großer Zahl in Betrieb. Sie arbeiten gut, solange das Säuregemisch von gleicher Zusammensetzung ist und der Dampf und Wasserzutritt ständig geregelt wird. Aber schon bei kleinen Schwankungen treten Störungen auf. Es geht leicht Alkohol mit der Schwefelsäure aus dem Apparat und damit verloren oder Säure mit den Dämpfen über. Daher muß die Wartung sehr sorgfältig sein, und Verluste und Störungen sind nicht zu vermeiden.

Das vorliegende Verfahren vermeidet diese Nachteile. Es besteht darin, daß in einem Kammerturm das in der obersten Kammer mit Wasser zusammen eintretende Säuregemisch den Turm kammerweise auf vorgeschriebenem Wege von oben nach unten durchläuft, während der Säure Dampf oder Wärme in jeder Kammer zugeführt wird und den von der Säure gebundenen Äther und Alkohol austreibt.

Eine Ausführungsform dieses Verfahrens ist nachstehend gegeben: Der Kammerturm (Fig. 141) besteht aus 3 Kammern 1, 2 und 3. Die mit Äther und Alkohol angereicherte Schwefelsäure tritt durch das Rohr 4 zusammen mit dem durch Rohr 5 laufenden Wasser in den Misch-

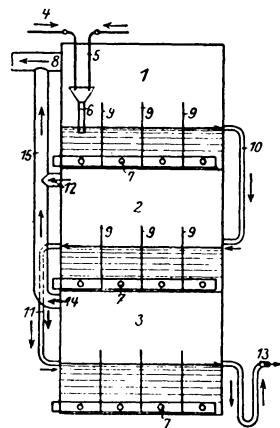


Fig. 141.

trichter 6. Durch das Dampfrohr 7 tritt direkter Dampf zu, so daß der aus dem Säuregemisch entweichende Äther-, Alkohol- und Wasserdampf durch die Öffnung 8 entweicht, während die Säure, durch Scheidewände 9 geführt, zum Überlaufrohr 10 gelangt. Durch dieses tritt sie in die Kammer 2, die sie in umgekehrtem Sinne wie die Kammer 1 durchläuft, bis zum Überlaufrohr 11. Auch hier geben Scheidewände 9 der Säure einen zwangsläufigen Weg, während durch die Dampfrohre 7 neuerdings Wasserdampf eingeleitet wird. Der dabei angetriebene Äther-, Alkohol- und Wasserdampf entweicht durch die Öffnung 12. Dasselbe wiederholt sich in Kammer 3, worauf die Säure, von Alkohol und Äther vollständig befreit, durch das Knierohr 13 den Kammerturm verläßt, während der ausgetriebene Dampf durch die Öffnung 14 und das Sammelrohr 15 aus dem Apparat austritt. Auf diese Weise wird eine stetige, auch bei Schwankungen unempfindliche Destillation gesichert, die einmal eingestellt, keiner Wartung bedarf. Der Eintritt von Säure in die Dämpfe ist ebenso ausgeschlossen, wie der Abgang von Alkohol mit der Säure, und der Dampfverbrauch ist, wie die Erfahrung gezeigt hat, ganz bedeutend geringer als bei Verwendung der bisherigen Rieseltürme. An Stelle von direktem Dampf kann auch, besonders in den unteren Kammern, indirekter Dampf verwendet werden. Auch können die aus den einzelnen Kammern austretenden Dämpfe gesondert weitergeleitet werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung von durch Schwefelsäure absorbierten Dämpfen, dadurch gekennzeichnet, daß das nach seinem Eintritt mit Wasser versetzte Säuregemisch verschiedene Kammern eines Kammerturmes zwangsläufig von oben nach unten durchläuft, wobei es durch direkten oder indirekten Dampf erhitzt wird, während die dabei frei werdenden Dämpfe gemeinsam oder gesondert aus jeder Kammer abgeleitet werden.

Nach Brégeat.

175. J. H. Brégeat. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel.

Ver. St. Amer. P. 1 315 700; brit. P. 127 309; franz. P. 502 957; schweiz. P. 88 987.

Das dampfförmige Lösungsmittel wird mit einem hauptsächlich aus Phenolen (Kresolen) bestehenden Absorptionsmittel behandelt.

Eine Einrichtung zur kontinuierlichen Ausführung des Verfahrens beschreibt der Erfinder im Ver. St. Amer. P. 1 315 701¹⁾.

176. Brégeat Aktien-Gesellschaft für Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel, Glarus, Schweiz. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel aus Gasgemischen durch Absorptionsmittel.

D.R.P. 388 351 Kl. 12e vom 6. IV. 1919 (Prior. Frankreich vom 25. V. und 29. XI. 1917).

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Wiedergewinnung von flüchtigen Lösungsmitteln aus Gasgemischen durch Absorptionsmittel.

¹⁾ Vgl. hierzu E. Berl und W. Schwebel, Zeitschr. f. angew. Chem. 35, S. 189ff. 1922.

Als hauptsächlichste Lösungsmittel dieser Art kommen in Betracht: Äther, Alkohole, Methylalkohol, Acetate, Formiate, Aceton, Chloroform, Dichloräthylen, Perchloräthylen, Tetrachloräthan, Pentachloräthan, Benzin, Petroläther (Ligroin, Gasolin).

Für die Wiedergewinnung derartiger flüchtiger Lösungsmittel aus Gasgemischen, die unter den heutigen wirtschaftlichen Verhältnissen bei den hohen Preisen der in Betracht kommenden Lösungsmittel von ganz besonderer Bedeutung ist, sind bereits die verschiedenartigsten Vorschläge gemacht worden. So hat man hierfür u. a. die Abkühlung der Gasgemische und die hierdurch erfolgende Kondensation angewandt. Die Mehrzahl der bisher vorgeschlagenen Verfahren beruht jedoch auf der Verwendung von Absorptionsmitteln, wie z. B. von Wasser, Schwefelsäure, ferner von Abfallsäuren, Fetten, Fettsäuren, Alkoholen.

Die bisher für den vorliegenden Zweck benutzten Absorptionsmittel haben nun Nachteile nach verschiedenen Richtungen. Entweder sie erfordern eine sehr kostspielige Apparatur aus Blei oder Steinzeug, wie dies bei Verwendung von Säuren der Fall ist. Oder sie eignen sich nur bei einer beschränkten Anzahl von flüchtigen Lösungsmitteln (z. B. bei Alkohol oder Äther), während sie bei anderen Lösungsmitteln nicht zu brauchen sind. In anderen Fällen treten ferner unerwünschte Nebenaktionen auf, die eine glatte Trennung und vollständige Wiedergewinnung der Lösungsmittel nicht zulassen.

Der letztgenannte Umstand ist jedoch heutzutage von besonderer Wichtigkeit, wo es darauf ankommt, selbst aus Gasgemischen, die nur einen geringen Prozentsatz flüchtiger Lösungsmittel enthalten, diese möglichst vollkommen wiederzugewinnen.

Dies ist jedoch bei den bisher bekannten Absorptionsmitteln deshalb nicht möglich, weil diese gewissermaßen nur als Lösungsmittel wirken, wobei eine mehr oder weniger begrenzte Aufnahmefähigkeit für die flüchtigen wiederzugewinnenden Stoffe vorhanden ist. Hierzu kommt, daß die zu behandelnden Gasgemische einen verhältnismäßig hohen und einigermaßen gleichbleibenden Gehalt an flüchtigen Stoffen haben müssen, wenn die Auflösung der flüchtigen Stoffe ein gleichmäßiges Ergebnis haben soll. Man ist also stets an ganz bestimmte Verhältnisse gebunden, widrigenfalls die Benutzung der bisherigen Absorptionsmittel die Wirtschaftlichkeit der Wiedergewinnung in Frage stellt.

Wie nun durch umfangreiche Versuche und in zahlreichen bereits ausgeführten Anlagen festgestellt wurde, sind Phenolkörper Absorptionsmittel, die hinsichtlich ihrer Absorptionsfähigkeit alle bisher für den vorliegenden Zweck benutzten Absorptionsmittel bei weitem übertreffen.

Als Beispiel für Phenolkörper, wie sie hierfür in Betracht kommen, seien die rohen Karbolsäuren und die Rohkresole des Handels genannt. Diese Phenolkörper absorbieren, wenn sie unter geeigneten Bedingungen mit Gasgemischen, welche die obengenannten flüchtigen Körper enthalten, zusammengebracht werden, diese letztgenannten Körper, wobei Komplexverbindungen entstehen, aus denen, sei es durch Wärme, sei es durch Behandlung mit Wasserdampf, sehr leicht die flüchtigen

Lösungsmittel in Freiheit gesetzt werden können. Man kann diese dann kondensieren, um sie von neuem in den Betrieb eintreten zu lassen. Die Phenolkörper werden, nachdem sie von den flüchtigen Lösungsmitteln befreit sind, erkalten gelassen und treten, auf diese Weise wiedergewonnen, gleichfalls von neuem in den Kreislauf.

Die Ausführung des neuen Verfahrens geschieht zweckmäßig in der Weise, daß die Phenolkörper in einem Absorptionsbehälter über in Abständen befindliche Platten rieseln, während das die wiederzugewinnenden flüchtigen Lösungsmittel enthaltende Gasgemisch durch den Behälter im Gegenstrom hindurchgeht. Hierauf werden die mit dem flüchtigen Lösungsmittel beladenen Phenolkörper durch Destillation von diesen Lösungsmitteln getrennt und schließlich die Lösungsmittel durch Fraktionieren rektifiziert und die verbleibenden Phenolkörper von neuem zur Absorption verwendet.

Zur praktischen und sparsamen Ausführung des Verfahrens zieht man unter den phenolhaltigen Körpern hauptsächlich die Phenole, Kresole und ihre Homologen im unverdünnten Zustande, so wie man sie im Handel enthält, oder aber mehr oder weniger verdünnt in Körpern, die sie aufzulösen vermögen, in Betracht.

Die Ausbeute des Verfahrens hängt von dem Gehalt der angewandten Phenole ab und außerdem von der Eigenschaft der jeweiligen flüchtigen Lösungsmittel, mit den Phenolen komplexe, leicht dissoziierbare Verbindungen zu bilden; sie erreicht 90–95%, ein Prozentsatz, wie er bisher mit keinem der bekannten Absorptionsmittel zu erreichen möglich war.

Das vorliegende Verfahren läßt sich mit dem gleichen Erfolge anwenden, wenn Gasgemische gleichzeitig mehrere verschiedenartige flüchtige Lösungsmittel enthalten.

Ganz abgesehen von den bereits genannten Vorteilen ist die Verwendung von Phenolkörpern auch wegen ihrer geringen spezifischen Wärme außerordentlich zweckmäßig. Auch wirken die Phenole reinigend auf die flüchtigen Lösungsmittel ein, so daß die wiedergewonnenen Lösungsmittel wertvoller sind als die ursprünglich zur Verwendung gelangten. Hierzu kommt, was gleichfalls von besonderer Bedeutung ist, daß die Gasgemische keinerlei vorhergehender Trocknung oder sonstiger Behandlung bedürfen, wie dies bei anderen Absorptionsmitteln, wie z. B. Schwefelsäure, der Fall ist.

Die vorstehend namhaft gemachten Eigenschaften der Phenolkörper ermöglichen es, daß sie als Absorptionsmittel nicht nur für ganz bestimmte Anwendungsgebiete in Betracht kommen, sondern daß sie sich für alle technischen Verfahren eignen, bei welchen mit flüchtigen Lösungsmitteln gearbeitet wird.

Patentansprüche: 1. Die Verwendung von Phenolen oder deren Homologen als Absorptionsmittel bei der Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel wie Alkoholen, Äther, Acetaten, Formiaten, Aceton, Chloroform, Dichloräthylen, Trichloräthylen, Perchloräthylen, Tetrachloräthan, Pentachloräthan, Benzin, Petroläther (Ligroin, Gasolin) aus Gasgemischen.

2. Verfahren zur ununterbrochenen Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel aus Gasgemischen durch die im Anspruch 1 genannten Absorptionsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß man die Absorptionsmittel auf die Gasgemische einwirken läßt und hierauf die flüchtigen Lösungsmittel für sich getrennt einerseits und andererseits die Phenolkörper in unverändertem Zustande wieder abspaltet.

Nach dem

177. D.R.P. 417 267 Kl. 12o vom 5. XII. 1920 (Prior. Frankreich vom 19. III. 1920) derselben Gesellschaft dienen Phenolhomologe als Absorptionsmittel für in Gasgemischen enthaltene Kampferdämpfe.

Nach dem

178. D.R.P. 387 583 Kl. 12e vom 30. VII. 1922; brit. P. 201 119; franz. P. 554 327; Ver. St. Amer. P. 1513 153 von J. H. Brégeat, Paris.

werden zur Wiedergewinnung von flüchtigen Lösungsmitteln durch Absorbieren in Waschflüssigkeiten Wasserstoffderivate des Naphthalins, wie Tetra- oder Dekahydronaphthalin allein oder in verschiedenen Verhältnissen gemischt mit den sonst üblichen Waschflüssigkeiten, wie Teerölen, Vaselineölen oder Kresolen, verwendet.

Nach dem

179. Ver. St. Amer. P. 1 513 152 vom 28. X. 1924 von J. H. Brégeat (Brégeat Corporation of America, Wilmington, Del.)

wird das mit Kresolen behandelte Gas durch einen mechanischen Abscheider von mitgerissenen Kresoltröpfchen befreit und das danach nur noch Kresoldämpfe enthaltende Gas in innige Berührung mit einem die Kresoldämpfe aufnehmenden Mittel gebracht. (Zeichnung.)

180. J. H. Brégeat, Paris. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel durch Absorbieren in Waschflüssigkeiten.

D.R.P. 402 940 Kl. 12e vom 6. IX. 1923, Zus. z. D.R.P. 387 583 (Prior. Österr. 17. IV. 1923); franz. P. 27 694, Zusatz zum P. 554 327; österr. P. 97 671; brit. P. 232 843.

Es wurde gefunden, daß auch die Hydrierungsprodukte der Phenole, z. B. das unter der Bezeichnung Hexalin in den Handel gebrachte Hexahydrophenol, in der im Hauptpatent (s. Nr. 178) angegebenen Weise verwendet werden können. Den hydrierten Phenolen bleiben einerseits die wertvollen Eigenschaften der Phenole erhalten, und es werden ihnen andererseits durch die Hydrierung auch noch die wertvollen Eigenschaften der hydrierten aromatischen Kohlenwasserstoffe übertragen. Infolgedessen sind die hydrierten Phenole in ausgezeichneter Weise sowohl für die Wiedergewinnung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen, wie Äther, Aceton usw., als auch für die Waschung von aromatischen oder aliphatischen Kohlenwasserstoffen geeignet. Man kann sie daher auch dort anwenden, wo in den Gasen Mischungen der vorgenannten Kohlenwasserstoffe enthalten sind, für welche es bisher kein ausreichendes Absorptionsmittel gab. Die Verwendung hydrierter Phenole empfiehlt sich ferner in solchen Fällen, wo außer den genannten flüchtigen Verbindungen auch Wasserdampf in erheblicher Menge vor-

kommt, da die hydrierten Phenole im Gegensatz zu den nicht hydrierten Phenolen Wasserdampf nicht aufnehmen.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel durch Absorbieren in Waschflüssigkeiten gemäß D.R.P. 387 583, dadurch gekennzeichnet, daß als Waschflüssigkeit die Hydrierungsprodukte der Phenole allein oder in Mischung mit bekannten anderen Waschflüssigkeiten Verwendung finden.

181. Brégeat Corporation of America, Wilmington, Del. (J. H. Brégeat, Paris). Wiedergewinnung von Äther und Alkohol aus diese enthaltenden Gasgemischen.

Ver. St. Amer. P. 1 455 707 vom 15. V. 1923, angem. 27. VIII. 1921; franz. P. 502 802 (A. Daniel und J. H. Brégeat) vom 23. V. 1926.

Man leitet das Gasgemisch in eine wässrige konzentrierte Lösung einer aromatischen oder aliphatischen Sulfosäure, insbesondere Benzol-sulfosäure, die auch freie Schwefelsäure enthalten kann. Hierbei werden Alkohol und Äther absorbiert und zwar der erstere als Sulfonsäureester chemisch gebunden, während der Äther beim Erhitzen der Flüssigkeit dampfförmig ausgetrieben wird und durch Kondensation wieder gewonnen werden kann.

Nach dem

182. Zusatzpatent 26 026 vom 9. VI. 1916 zum franz. P. 502 882

werden Sulfosäuren der Fett- oder aromatischen Reihe in wässriger mehr oder weniger konzentrierter Lösung allein oder gemischt mit verschiedenen Mengen Schwefelsäure verwendet.

183. C^{ie} Gl^e Ex^{on} des Brevets et Procédés de Récupération Brégeat, Soc. Anon., Brüssel. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Stoffe aus Gasen mittels Schwefelsäure.

Österr. P. 97 672, angem. am 17. IV. 1923. Beginn der Patentdauer: 15. III. 1924.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Stoffe aus Gasen mittels Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, daß der Säure vor ihrer Verwendung als Absorptionsmittel Kohlenwasserstoffe der aromatischen Reihe, wie Benzol, Naphthalin, Anthrazen oder deren Homologe, beigemischt werden.

Nach Soc. La Soie Artificielle Française de Rennes.

184. Société La Soie Artificielle Française de Rennes. Verfahren zur Wiedergewinnung der Dämpfe flüchtiger Lösungsmittel.

Franz. P. 570 585 vom 29. VII. 1922.

Zur Bindung der Lösungsmitteldämpfe werden Fettsäuren oder Sulfofettsäuren wie Ölsäure, Rizinusölsulfosäure, Milch- oder Buttersäure verwendet. Die Lösungsmittel werden durch Destillieren ausgetrieben.

Nach Lebourveau und Taylor.

185. U. J. Lebourveau und A. Taylor, Stamford, Conn. (Atlas Powder Company, Philadelphia). Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel.

Ver. St. Amer. P. 1 355 401 und 1 355 402 vom 12. X. 1920.

Zum Absorbieren der Lösungsmitteldämpfe aus Luftgemischen dient Acetonöl oder Anilin, von denen die Lösungsmittel durch Destillation getrennt werden.

Nach Bindschedler.

186. E. Bindschedler, Philadelphia, Pa. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel.

Ver. St. Amer. P. 1 367 009 vom 1. II. 1921, angem. 18. VI. 1920.

Die Lösungsmittel enthaltenden Gasmischungen werden in innige Berührung mit Phenolen gebracht, um den größten Teil der Lösungsmittel zur Absorption zu bringen. Die Gase von der Phenolabsorption werden in innige Berührung mit konzentrierter Schwefelsäure gebracht, wodurch die nicht absorbierten Lösungsmittel und die durch die Gase fortgeführten Phenole aufgenommen werden. Die Phenole und die Lösungsmittel werden aus den Absorptionsmitteln wiedergewonnen.

187. E. Bindschedler, Philadelphia, Pa. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel.

Ver. St. Amer. P. 1 368 601 vom 15. II. 1921, angem. 28. VII. 1920.

Das Verfahren unterscheidet sich von dem vorstehend angegebenen dadurch, daß hinter die Phenolabsorption zunächst eine alkalische Lösung zur Aufnahme der mitgeführten Phenole geschaltet wird.

Nach Levy.

188. L. A. Levy, Cricklewood. Verfahren zum Sammeln und Wiedergewinnen in die Atmosphäre verdampfter Lösungsmittel.

Brit. P. 137 615.

Die in die Atmosphäre verdunsteten flüchtigen Lösungsmittel werden dadurch wiedergewonnen, daß man die Luft, die mit den Dämpfen beladen ist, durch Behälter mit hochaufnahmefähiger Holzkohle, z. B. Gasmaskenkohle, leitet. Ist die Kohle mit den Dämpfen gesättigt, so erhitzt man sie und treibt die Lösungsmittel aus. Diese werden kondensiert und wiedergewonnen, die Kohle wird wieder verwendet. Das Verfahren kann durch Benutzung mehrerer Behälter mit Kohle kontinuierlich gestaltet werden.

189. L. A. Levy, London. Künstliche Seide usw.

Brit. P. 168 986 vom 10. VI. 1920.

Um bei der Herstellung künstlicher Seide usw. die verflüchtigten Lösungsmittel wiederzugewinnen, ist der Spinnapparat in einem geschlossenen Raum untergebracht, aus welchem die mit den Lösungsmitteldämpfen beladene Luft durch eine Kammer mit hochaktiver Kohle geleitet wird. Das Wiederbrauchbarmachen der Kohle erfolgt in der

in der brit. Ptschr. 137 615 angegebenen Weise oder durch Behandeln mit Dampf oder Kohlensäure bei geeigneter Temperatur. Es können mehrere Behälter mit der aktiven Kohle hintereinander angeordnet sein.

Nach Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co.

190. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen b. Köln a. Rh. Verfahren zur Abscheidung organischer Gase bzw. Dämpfe.

D.R.P. 310 092 Kl. 12o vom 4. XI. 1916; brit. P. 156 543.

In vergaster Form Luft oder anderen Gasen beigemischte Stoffe, wie Äther, Methyl- oder Äthylalkohol, Aceton, Benzol, Essigester usw., werden mit der besonders porösen Kohle behandelt, die nach dem D.R.P. 290 656 Kl. 12d vom 25. 4. 1914 (Prior. Österreich 2. 5. 1913), (Österreichischer Verein f. Chem. u. Metallurgische Produktion in Außig a. E.) durch Erhitzen kohlenstoffhaltiger Stoffe, wie Holz, Zellulose, Stärke, Kohle, tierische Abfälle, mit Zinkchlorid erhalten wird. Die Kohle nimmt 50—70% der vergasteten Stoffe auf und wird durch Wasserdampf wieder von ihnen befreit¹⁾.

Patentanspruch: Abscheidung von vergasteten organischen Körpern aus ihren Gemischen mit Luft oder anderen schwer oder nicht absorbierbaren Gasen, darin bestehend, daß man solche Gemische mit besonders poröser Kohle, wie sie nach dem Verfahren des Patents 290 656 hergestellt werden kann, behandelt und die von der Kohle absorbierten organischen Körper wieder mit Hilfe von Wasserdampf in der Hitze austreibt.

Nach Coggeshall und Rector.

191. G. W. Coggeshall und Th. M. Rector (The Institute of Industrial Research Inc.), Washington. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel.

Ver. St. Amer. P. 1 418 363 vom 6. VI. 1922, angem. 11. III. 1920.

Die an festen Stoffen adsorbierten kondensierbaren Lösungsmittel werden durch Erhitzen ausgetrieben, und während des Erhitzens wird ein Strom unkondensierbaren Gases über das Adsorptionsmittel geleitet. Das Gemisch von Gas und Dampf wird durch einen Kühler geleitet, in welchem die Lösungsmitteldämpfe niedergeschlagen werden; das unkondensierbare Gas wird zur Wiederverwendung zurückgeleitet.

Nach Goerz Photochemische Werke.

192. Goerz Photochemische Werke, G. m. b. H., Zehlendorf (Wannseebahn). Verfahren und Vorrichtung zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel durch Absorption.

D.R.P. 397 262 Kl. 12e vom 6. IV. 1922.

In zahlreichen Industrien bedarf es für die Herstellung der zu gewinnenden Erzeugnisse der Anwendung von Lösungen von Feststoffen in flüchtigen Lösemitteln, und es besteht im Anschluß daran das Problem, die flüchtigen Lösemittel nach Abtreibung von den Feststoffen vor-

¹⁾ Vgl. auch Kunststoffe 1920, S. 195—196.

zugsweise unter Benutzung von Luft oder sonstigen Trockengasen aus diesen Gasen, welche die Lösemittel in Dampfform mit sich führen, wiederzugewinnen. Es ist dabei schwierig, die letzten Reste der Lösemittel nach den üblichen Methoden, sei es durch Absorptionsverfahren, sei es durch Kondensation, wiederzugewinnen. Die Wirtschaftlichkeit der in Betracht kommenden Verfahren hängt aber in außerordentlichem Umfang von der quantitativen Wiedergewinnung der Lösemittel ab, da bereits sehr kleine Prozentsätze von nicht wiedergewonnenen Lösemitteln sehr ins Gewicht fallende Verluste bedeuten.

Gemäß vorliegender Erfindung sollen die Lösemittel aus diese mit sich führender Luft oder sonstigen Gasen in weitgehendem Maße dadurch wiedergewonnen werden, daß die Luft bzw. die mit dem Lösemittel in Dampfform beladenen Gase durch Absorptionsmittel für die Lösemittel hindurch getrieben werden, und daß darauf die Gase, welche somit größtenteils von den beigemischten Lösemitteln befreit sind, einer intensiven Kühlung unterworfen werden, um das Absorptionsmittel, soweit dieses in Dampfform übergeführt ist, gegebenenfalls mit den dann noch flüchtigen Lösemitteln zu kondensieren. Für das Verfahren ist daher wesentlich, daß die Dampftension des Absorptionsmittels geringer ist als die des Lösemittels, da anderenfalls die Abscheidung der mitgeführten Lösemittel ohne vorherige Absorption durch intensive Kühlung erfolgen könnte, eine Ausführung, die an der fast durchweg zu hohen Dampftension der Lösemittel scheiterte. Es entsteht hierbei ein mehr oder weniger vollständig von dem Lösemittel und dem Absorptionsmittel befreites kühles Gas, welches nach Belieben gegebenenfalls nach erneuter Aufheizung in dem Prozeß zur Wiederverdampfung von Lösemitteln benutzt werden oder auch in anderer Weise Verwendung finden kann. Im ersteren Falle wird durch die Wiedergewinnung die restlose Erfassung aller beim Prozeß in Form von Dampf übergeführten Lösemittelmengen auch der in den benutzten Gasen verbliebenen, sichergestellt. Ebenso tritt dadurch auch kein Verlust an Absorptionsmitteln ein. Bei manchen Prozessen, bei denen flüchtige Lösemittel benutzt werden, finden Lösemittel verschiedener Flüchtigkeit nebeneinander Anwendung. In diesem Falle läßt sich unter Umständen eine wirtschaftlich günstigere Wiedergewinnung der verschiedenen Lösemittel erzielen, wenn man den Prozeß so leitet, daß man die die Lösemittel führenden Stoffe oder Produkte auf verschiedenen Teilen ihrer Bahn von verschiedenen Gasen zur Verdunstung der Lösungsmittel begleiten läßt und diese Gase an verschiedenen Stellen absaugt. Man kann dann beispielsweise an einer Stelle das flüchtigere Lösungsmittel zusammen mit dem es führenden Gase (vorzugsweise Luft) absaugen und an einer anderen Stelle das weniger flüchtige Lösungsmittel und aus den das letztere mit sich führenden Gasen das weniger flüchtige Lösungsmittel abscheiden und darauf das davon befreite Gas oder die Luft zur Aufnahme des flüchtigeren Lösungsmittels verwenden, wodurch der Zweck einer sehr vollständigen Wiedergewinnung der Lösungsmittel in ähnlicher Weise erreicht werden kann, wie es oben für ein einziges wiederzugewinnendes Lösemittel angegeben war.

Die weiteren Angaben erläutern das Verfahren an Filmgießmaschinen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösemittel aus diese in Dampfform enthaltenden Gasen durch Absorption, dadurch gekennzeichnet, daß das zu behandelnde Gasdampfgemisch durch ein Absorptionsmittel niedriger Dampfspannung hindurchgetrieben und das nicht absorbierte Gasgemisch darauf einer starken Kühlung unterworfen wird zur Abscheidung der kondensierbaren Dämpfe von den diese mitführenden Gasen.

2. Verfahren nach Anspruch 1 zur getrennten Wiedergewinnung von Lösemitteln verschiedener Flüchtigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß die die Lösungsmittel enthaltenden Stoffe (z. B. Filme) in getrennten Teilen ihrer Bahn mit verschiedenen Strömen von gasförmigen Verdunstungsmitteln in Berührung gebracht und daß die Verdunstungsmittel zusammen mit den von ihnen aufgenommenen Lösungsmitteln an verschiedenen Stellen abgesaugt werden.

Das 193. Verfahren nach

S. S. Sadtler, Springfield, Penns.

zum Wiedergewinnen flüchtiger Lösungsmittel gemäß Amer. P. 1 365791, welches die Dämpfe der wiederzugewinnenden Lösungsmittel durch ein Gemisch aus Walratöl, Schmalzöl, Petroleum und Alkohol leitet und das Lösungsmittel von dem Absorptionsmittel trennt, dürfte sich auch für die Lösungsmitteldämpfe der Kunstseidefabrikation eignen.

Nach Vincent.

194. A.-E. Vincent. Verfahren und Apparate zur Wiedergewinnung von Benzin und anderen Lösungsmitteln, die bei verschiedenen technischen Vorgängen dampfförmig entweichen.

Franz. P. 361 603 vom 3. VII. 1905.

Das Verfahren arbeitet mit in einer geschlossenen Kammer umlaufendem warmem Luftstrom, der nach Überleiten über das Lösungsmittel zu befreiende Gut durch einen Wärmeaustauschapparat geleitet wird. Er verliert dort einen Teil des Lösungsmittels und den Rest in einem angeschlossenen Kondensator. Von diesem geht der Luftstrom wieder über den Wärmeaustauschapparat, wird dort vorgewärmt und dann durch eine Pumpe wieder in die geschlossene Kammer zurückgeführt. Auf dem Wege dorthin wird er nötigenfalls weiter erwärmt, wozu u. a. das Kondenswasser aus einer in der geschlossenen Kammer angebrachten Heizplatte dienen kann, über die das von Lösungsmitteln zu befreiende Gut geleitet wird. (1 Zeichnung.)

Nach Bataille.

195. E. Bataille und R. Bataille. Verfahren und Apparat zum Ansaugen und Absorbieren flüchtiger Produkte.

Franz. P. 491 352 vom 9. XII. 1915.

Die von Lösungsmitteln zu befreienden Gase werden durch ein in Schlangenwindungen verlaufendes senkrechtes oder geneigtes Rohr

geleitet, in dessen absteigenden Schenkeln in der Strömungsrichtung des Gasstroms eine Absorptionsflüssigkeit unter starkem Druck vernebelt wird. Die Absorptionsflüssigkeit wird an den unteren Rohrkümmungen abgezogen und im Kreislauf zurückgeführt, derart, daß die mit Lösungsmitteln am meisten beladene Flüssigkeit am Anfang, die schwächer beladene am Ende des Apparates zur Einwirkung gelangt. (2 Zeichnungen.)

Nach Bernot und Fournier.

196. V. Bernot und R.-P. Fournier. Verfahren zur Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel.

Franz. P. 530 717 vom 21. VIII. 1920.

Zur Wiedergewinnung von Lösungsmitteln aus der Luft oder Gasen wird ein geeignetes, vorzugsweise flüssiges Absorptionsmittel, z. B. Glycerin, mit der das Lösungsmittel enthaltenden, unter Druck gesetzten Luft usw. verstäubt.

Nach Berl.

197. Dr. E. Berl, Darmstadt. Verfahren zur Abscheidung und Konzentrierung von in Verdünnungsgasen oder in Lösung befindlichen Alkoholen, Aldehyden, Ketonen, Äthern und Säuren.

D.R.P. 406 620 Kl. 12e vom 22. XII. 1922.

Es ergibt sich in der Industrie vielfach die Notwendigkeit, in Verdünnung mit Gasen wie Luft u. dgl. befindliche Dämpfe von Alkoholen, Aldehyden, Ketonen, Äthern und Säuren abzuscheiden. Auch ist es häufig wünschenswert, die vorzugsweise wässerigen Lösungen solcher Stoffe auf zweckmäßige Art anzureichern, so daß die Herstellung der genannten Stoffe in konzentrierter Form geringeren Brennstoffaufwand verursacht, als bei der Destillation der verdünnten Lösungen angewendet werden muß. Es wurde gefunden, daß man die in Verdünnung mit schwer absorbierbaren Gasen vorhandenen obengenannten Stoffe dadurch abscheiden kann, daß man das Gasgemisch im Gegenstrom mit Eiswasser oder vorteilhaft mit unter 0° C unterkühlten wässerigen Salzlösungen, wie z. B. Lösungen von Kochsalz, Glaubersalz, Ammonsulfat, Magnesiumchlorid u. dgl., in innige Berührung bringt. Auf solche Weise wird es möglich, die genannten Stoffe aus den Verdünnungsgasen praktisch vollkommen auszuwaschen. Vielfach werden solche organische Stoffe enthaltende wässrige oder wässerige Salzlösungen unmittelbar anfallen, wenn Materialien, wie Kunstfäden, Filme u. dgl., zum Zwecke der Entfernung des Lösungsmittels mit den wässerigen Lösungen in Berührung gebracht werden. Wesentliche Ersparnisse an Brennstoff werden dadurch erzielt, daß man die Alkohole, Aldehyde, Ketone, Äther und Säure enthaltenden Lösungen mit Stoffen behandelt, welche mit den genannten Körpern Molekülverbindungen bilden können. Diese Zusatzstoffe müssen in der wässerigen Lösung unlöslich oder schwer löslich sein und sich nach erfolgtem Durchschütteln mehr oder minder voll-

ständig abscheiden lassen. Diese Bildung von Molekülverbindungen bedingt eine Anreicherung an den zu gewinnenden Stoff im Zusatzstoff, so daß bei dessen Erhitzen — gegebenenfalls unter Zuführung von Wasserdampf —, das eine Abtrennung des aufgenommenen Stoffes bewirkt, eine wesentliche Heizmaterialersparnis gegenüber der direkten Destillation erzielt wird.

Beispiel 1. Luft, welche Acetondampf enthält, wird durch mit Ammonsulfat versetztes, nahe dem Gefrierpunkte abgekühltes Wasser geleitet. Die Salzlösung nimmt bei einem Gehalt von 20 g Aceton je cbm soviel Aceton auf, daß eine ungefähr 7 %ige Acetonlösung entsteht. Diese Lösung wird mit Kresol derartig behandelt, daß unter Wahrung des Gegenstromprinzips bereits mit Aceton beladenes Kresol auf die verhältnismäßig konzentrierte, salzhaltige, wässrige Acetonlösung wirkt, während unbeladenes oder wenig beladenes Kresol mit der bereits an Aceton erschöpften Lösung in Berührung gebracht wird. Auf solche Weise reichert sich im Kresol das Aceton an und kann durch einfaches Erhitzen abgetrieben werden. Die mehr oder minder erschöpfte, salzhaltige, wässrige Lösung und das abgetriebene Kresol kehren nach erfolgter Abkühlung wiederum in den Prozeß zurück.

Beispiel 2. Eine 5 %ige Lösung von Alkohol wird mit Kochsalz versetzt und dann mit phenolischen Braunkohlenteer- oder Urteerfraktionen u. dgl. durchgeschüttelt. Die Trennung des den Alkohol als Molekülverbindung aufnehmenden Phenolgemisches von der wässrigen Lösung erfolgt sehr rasch, gleichzeitig bewirkt der Kochsalzzusatz, daß in die wässrige Lösung sehr wenig Phenolgemisch in Lösung geht. Untersucht man dieses, so beobachtet man, daß es 20—25% seines Volumens an Alkohol aufgenommen hat. Nach erfolgter Abtrennung von der wässrigen Salzlösung wird es durch einfaches Erhitzen von seinem Alkoholgehalt mehr oder minder vollständig befreit und geht wieder in den Prozeß zurück.

Es ist bereits vorgeschlagen worden, Aceton-Luftgemische durch Behandlung mit Bisulfitlösungen ihres Acetongehaltes zu berauben. Während es sich bei diesen Verfahren um die Bildung einer Anlagerungsverbindung handelt, erfolgt nach der neuen Arbeitsweise die Auswaschung des Acetons durch die wässrige Salzlösung ohne Bildung von Anlagerungsverbindungen. Überdies ist vorgeschlagen worden, aus acetonhaltigen Gasen das Aceton durch Behandlung mit Stoffen phenolischen Charakters zu entfernen. Derartige Verfahren haben den Nachteil, daß durch Einwirkung von Luft auf die Phenole eine Verharzung eintritt, und daß die Phenole selbst eine erhebliche Dampfspannung besitzen, welche zu Verlusten Anlaß gibt. Bei der neuen vorgeschlagenen Arbeitsweise sind diese Nachteile vollständig beseitigt.

Patentanspruch: Verfahren zur Abscheidung und Konzentrierung von in Verdünnungsgasen oder in Lösung befindlichen Alkoholen, Aldehyden, Ketonen, Äthern und Säuren, dadurch gekennzeichnet, daß die genannten Stoffe aus Verdünnungsgasen mit Eiswasser oder unterkühlten Salzlösungen herausgewaschen und daß diese Lösungen der organischen Stoffe mit solchen Körpern, die mit den zu gewinnenden

Stoffen Molekülverbindungen geben, die in der wässrigen Lösung schwer löslich oder unlöslich sind, durchgeschüttelt — bei Vorliegen rein wässriger Lösung zweckmäßig nach Zusatz von Neutralsalzen — und daß die mit dem zu gewinnenden Stoff nunmehr beladenen Zusatzstoffe durch einfaches Erhitzen, gegebenenfalls unter Zuführung von Wasserdampf, ganz oder teilweise vom aufgenommenen Stoff befreit werden.

Nach Allen.

198. R. C. Allen, Lakewood, Ohio (H. L. Doherty & Co., New York).
Verfahren zur Wiedergewinnung von Lösungsmitteln.

Ver. St. Amer. P. 1 522 480 vom 13. I. 1925, angem. 3. III. 1921.

Das Gasgemisch wird quer durch eine bewegte Säule eines die Lösungsmitteldämpfe aufnehmenden Stoffes geleitet. (Zeichnung.)

Die Reinigung des bei der Kunstseideherstellung erhaltenen Abfallsprits betrifft das nachstehende Verfahren.

Nach Claessen.

199. Dr. Claessen, Berlin. Verfahren zur Reinigung des bei der Herstellung von Kunstseide, Nitrozellulosepulvern, Zelluloid usw. erhaltenen Abfallsprits.

D.R.P. 300 595 Kl. 29b vom 19. II. 1916 (gelöscht).

Der bei der Herstellung von Kunstseide und ähnlichen Stoffen anfallende Abfallsprit enthält mehr oder weniger große Mengen von organischen Stoffen, z. B. gewisse Nitrierungsstufen der Nitrozellulose, gelöst, und wird vor der Rektifikation in hierzu geeigneten Apparaten durch Behandeln mit Alkalilauge unter gleichzeitiger Erwärmung gereinigt, wobei ein Verseifen und Ausscheiden der Verunreinigungen stattfindet. Es hat sich nun gezeigt, daß man diesen Verseifungs- und Reinigungsprozeß auf das wirksamste beschleunigen und vervollkommen kann, wenn man ihn in einer, gegebenenfalls heizbaren, Pumpe ausführt, welche gleichzeitig das verseifte Produkt in den Destillierapparat bringt und andererseits das zu verseifende Material und die Lauge ansaugt. Die Pumpe kann an den Rektifikator auch in der Weise angeschlossen werden, daß sie aus der Rektifikationsblase dauernd Reaktionsgemisch absaugt und es dem Apparat wieder zuführt, wobei durch die innige Mischung im Pumpenkörper bei geringstem Alkaliverbrauch eine außerordentlich günstige Verseifung oder Ausscheidung der Verunreinigungen erreicht wird.

Über Wiederbrauchbarmachen der Nitrierabfallsäuren in der Kunstseidenindustrie s. Kunststoffe 1913, S. 199.

Auch die bei der Kollodiumseideherstellung gebrauchten Filterstoffe sucht man wieder brauchbar zu machen.

Nach Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet.

200. Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet. Wiedergewinnung der Watte und Gaze, die zum Filtrieren des Kollodiums bei dem Chardonnetschen Kunstseideverfahren dienen.

Franz. P. 354 398; österr. P. 25 239.

Die zum Filtrieren des Kollodiums benutzte Watte und Gaze verbrannte man bisher. Nach dem vorliegenden Verfahren werden die Filterstoffe dadurch wieder brauchbar gemacht, daß sie durch Behandlung mit einem Lösungsmittel für Nitrozellulose (Aceton, Äther-Alkohol, Essigester und Methylalkohol) von den inkrustierenden Stoffen befreit werden, oder daß die Nitrozellulose durch Behandlung mit einem Denitrierungsmittel (Alkali- oder Erdalkalisulfhydrate, Metallsalze) in Zellulose (Hydro- oder Oxyzellulose) übergeführt wird. Am besten führt man die abgeschiedene Nitrozellulose durch Alkalien oder Alkalisulfide in lösliche Körper über, die durch Waschen entfernt werden. Diese Behandlung wird in einem Bottich mit falschem Boden ausgeführt. Unter dem falschen Boden befindet sich eine Dampfschlange, welche die Flüssigkeit erhitzt. Die erhitzte Flüssigkeit steigt durch ein in der Mitte des falschen Bodens angebrachtes Rohr empor und ergießt sich über das auf dem falschen Boden liegende Filtermaterial, um dann abermals emporgetrieben zu werden. Die alkalische Flüssigkeit wird eingedampft und das Alkali nach den aus der Natronzelluloseherstellung bekannten Verfahren regeneriert.

Auf die Reinigung und Ausnutzung der bei der Herstellung künstlicher Seide aus Nitrozellulose sich ergebenden Abwässer beziehen sich endlich folgende Verfahren.

Nach Société anonyme hongroise pour la fabrication de la soie de Chardonnet.

201. Société anonyme hongroise pour la fabrication de la soie de Chardonnet. Wiedergewinnung der Stickstoff- und Schwefelverbindungen, die in den bei der Denitrierung benutzten Sulfhydratbädern enthalten sind.

Franz. P. 410 652.

Läßt man die Abwässer von der Denitrierung, besonders die Abwässer von der Nitrozelluloseherstellung, in überschüssige Säure einfließen, so bildet sich salpetrige Säure, die sofort durch den entstehenden Schwefelwasserstoff zu Stickstoffmonoxyd reduziert wird. Dies ist in Wasser wenig löslich, entweicht und kann nach bekannten Verfahren in wertvolle Stickstoffverbindungen übergeführt werden. Schwefelwasserstoff entwickelt sich dabei nicht. Das gebildete Stickoxyd wird in einer besonderen Vorrichtung durch Einführen von Luft in N_2O_4 übergeführt, man kann aber auch Luft in die Flüssigkeit einführen, in der sich die Reaktion vollzieht. Je nach der Menge der zugeführten Luft kann das Monoxyd vollständig zu Tetroxyd oxydiert oder es kann ein molekulares Gemisch von NO und NO_2 erzeugt werden, das bei der Absorp-

tion durch Natronlauge fast ausschließlich Nitrit liefert, während das erstgenannte Verfahren angezeigt ist, wenn man Salpetersäure erhalten will und Nitrit als Nebenprodukt. Hat man für die Denitrierung Alkalisulfhydrate verwendet, so gewinnt man den Schwefel, der sich abscheidet, durch einfache Filtration. Hat man mit Kalziumsulfhydrat gearbeitet, so nimmt man zur Zersetzung Salzsäure, um lösliches Chlorkalzium zu erhalten. Nimmt man Schwefelsäure, so entsteht ein Niederschlag von Schwefel und Kalziumsulfat, die verschiedene Dichte haben. Der Schwefel sammelt sich gewöhnlich an der Oberfläche als schwammige Masse, er kann unter Umständen auch durch Schmelzen abgetrennt werden.

Nach Bassett.

202. H. P. Bassett, Cynthiana, Ky. Verfahren zur Behandlung von Denitrirabfallaugen.

Ver. St. Amer. P. 1 390 329 vom 13. IX. 1921, angem. 18. VI. 1920.

Die bei der Denitrierung von Kunstseide mit Natriumsulfhydrat abfallenden Laugen werden mit einer alkalischen Zinkverbindung behandelt und der gebildete Niederschlag wird abgetrennt.

Nach Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize.

203. Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize. Verfahren zur Reinigung der bei der Herstellung künstlicher Seide nach dem Kollodiumverfahren zurückbleibenden Abwässer.

D.R.P. 234 672 Kl. 85c (gelöscht).

Das Verfahren besteht darin, daß die bei der Herstellung künstlicher Seide nach dem Kollodiumverfahren entstehenden sauren und alkalischen Abwässer zur gegenseitigen Einwirkung kommen, in das Abwässergemisch komprimierte Luft eingeblasen wird und die entwickelten nitrosen Dämpfe in eine Kondensationsanlage geleitet werden. Die mit Luft behandelte Mischung wird nacheinander mit Kalk, Aluminiumsulfat oder anderen Salzen und schließlich Chlorkalk behandelt und dann filtriert. Der Filtrationsrückstand bildet eine kompakte, leicht zu transportierende Masse, die mindestens 40% Schwefel enthält, durch Abwärme getrocknet werden kann und dann verkäuflich ist. Das filtrierte Wasser kann fortgeleitet werden.

Um den aus den Abwässern der Nitrokunstseidefabrikation abgetrennten trockenen Schwefel wieder in Alkalisulfhydratlösung überzuführen, leitet Dony-Hénault Wassergas durch. Bei 300—350° C entsteht nur Schwefelwasserstoff (Chem. Ztg. 1912, S. 1214).

b) Die Herstellung künstlicher Seide aus nicht nitrierten pflanzlichen Ausgangsstoffen.

Die bisher aufgeführten Verfahren verwenden nitrierte Zellulosen zur Herstellung der Kunstseide. Um nun die Übelstände zu vermeiden, welche die Verarbeitung dieser explosionsgefährlichen Körper natur-

gemäß mit sich bringt, hat man nach anderen, weniger gefährlichen Ausgangsstoffen gesucht und deren im Laufe der Jahre auch eine ganze Reihe aufgefunden. Besondere Bedeutung hat die Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak sowie die wässrige Lösung des Alkalizellulose-xanthogenates, die Viskose, erlangt, weniger die von Zellulose in anderen Lösungsmitteln.

1. Aus Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak.

Verfahren und Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Seide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen im allgemeinen.

Nach Despaissis.

204. L. H. Despaissis. Neues Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 203 741 vom 9. V. 1890.

In dem Verfahren, welches den Gegenstand des vorliegenden Patentes bildet, ist die Anwendung des Pyroxylins ganz vermieden. Das Ausgangsmaterial bildet reine Zellulose (Baumwolle, Holzfaser, Stroh). Diese Zellulose wird in Kupferoxydammoniak (Schweizers Reagens) aufgelöst, und diese Lösung läßt man aus kapillaren Öffnungen austreten, deren Querschnitt der gewünschten Dicke des Fadens entspricht. Der austretende Strahl der zähen Zelluloselösung kommt in ein chemisches Bad, z. B. verdünnte Salzsäure, Schwefelsäure, Oxalsäure, Weinsäure, Zitronensäure, Alkohol¹⁾, verdünnte Karbolsäure usw., welches sofort die Zellulose in einen festen Faden umwandelt und einen Teil des Kupfers und Ammoniaks wegnimmt. Durch ein beliebiges System von Winden, Spulen, Trommeln gelangt der Faden in verdünnte Salzsäure, wo durch chemische Einwirkung und durch Osmose der Rest von Kupfer und Ammoniak unter Bildung von leicht löslichem Kupferchlorid und Chlorammonium weggenommen wird. Dieses Salzsäurebad kann durch jedes andere Bad ersetzt werden, welches chemisch ebenso wirkt, mit Kupfer und Ammoniak lösliche Verbindungen gibt und die Zellulose ausfällt. Man könnte ebensogut heißes Wasser benutzen und das Kupfer elektrolytisch wiedergewinnen. Ist die elektrolytische Wiedergewinnung des Kupfers ausgeschlossen, so muß dies auf chemischem Wege aus seinen Lösungen gefällt werden. Den durch die methodischen Waschungen gereinigten Faden trocknet man in einem Trockenapparat oder durch heiße Luft. Man braucht ihn dann nur auf Trommeln oder Spulen aufzuwinden, von denen er später abgehaspelt und zu Strähnen verarbeitet wird, die dann wie Kokonfäden gefärbt, versponnen und verwebt werden. Um die künstliche Seide der natürlichen in der Zusammensetzung noch ähnlicher zu machen, kann man der Zelluloselösung tierische Stoffe, wie Albumin, Seidenabfälle u. dgl.,

¹⁾ Über die Verwendung von Cyankalium, Methyl- oder Äthylalkohol sowie den Zusatz von Hydroxylamin oder anderen Reduktionsmitteln für das Kupfer im Fällbad s. brit. P. 20 747¹⁹⁰¹.

zusetzen, die sich leicht in Kupferoxydammoniak lösen und an der Bildung des Fadens teilnehmen. Auch kann man den Faden nach völligem Auswaschen in eine sehr verdünnte Albuminlösung tauchen. Um die Auflösung der Zellulose zu beschleunigen, ist es gut, sie vorher von den sie begleitenden fettigen und harzigen Stoffen zu befreien, sie möglichst fein zu verteilen und die Mischung oft zu rühren. Die Lösung filtriert man über Sand und Asbest, um sie vom Ungelösten zu befreien.

Das vorstehende Verfahren kann auch angewendet werden auf die Behandlung von Fäden oder Geweben aus Baumwolle, Leinen, Ramie, Hanf oder jedem anderen aus Zellulose bestehenden Textilstoff, um diesen das Aussehen von Seide zu geben. Man läßt die Fäden oder Gewebe längere oder kürzere Zeit mit Kupferoxydammoniaklösung in Berührung, so daß ihre Oberfläche mehr oder weniger stark angegriffen wird. Unmittelbar darauf kommen die behandelten Stoffe in ein Koagulierungsbad, darauf in ein Wasch- und Reinigungsbad und werden dann getrocknet. Sie haben dann das Aussehen von Seide. Auch Papier kann ebenso behandelt werden.

Nach Pauly (Bronnert, Fremery und Urban).

205. Dr. H. Pauly, M.-Gladbach. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose.

D.R.P. 98 642 Kl. 29 vom 1. XII. 1897 (gelöscht); franz. P. 272 718; brit. P. 28 631¹⁸⁹⁷; Ver. St. Amer. P. 617 009.

Zur Herstellung künstlicher Seide hat man im allgemeinen die Anwendung von Lösungen der Nitrozellulose vorgeschlagen, welche u. U. noch mit Ölen od. dgl. gemengt wurden, um angeblich den Glanz des Endproduktes zu erhöhen. Da diese Nitrozellulose aber äußerst leicht verbrennlich ist, hat man entweder den betreffenden Lösungen reduzierende Stoffe beigemischt, um eine Denitrierung des künstlichen Fadens zu bewirken, oder man hat auch diese Denitrierung durch Anwendung von entsprechenden Chemikalien für den schon fertigen Faden zu erzielen versucht, um so eine von Nitrokörpern freie Masse zu erhalten. Da nun einer solchen Herstellungsweise sich Schwierigkeiten bezüglich einer genügenden Denitrierung entgegenstellten, so ist auch schon vorgeschlagen worden, von der reinen Zellulose auszugehen und diese mit Hilfe von Schwefelsäure und Phosphorsäure in einen zähen Sirup zu verwandeln, welcher zu Fäden geformt werden soll. Ein derartiges¹⁾ Verfahren hat bis jetzt keinen Eingang in die Praxis gefunden. Aus einer solchen zähen dicken Gallerte lassen sich künstliche Fäden, welche den natürlichen Seidenfäden in ihrer äußeren Beschaffenheit gleichkommen, in der Praxis nicht erzielen. Auch lassen sich zu diesem Zweck nicht die für die Herstellung von Zellulosefäden behufs Erzeugung von Glühlampenkohlenfäden vorgeschlagenen Chlorzinkzellosoelösungen benutzen. Es wurde festgestellt, daß mit Hilfe aller dieser vorgeschlagenen Lösungen Fäden, welche einen wirklichen Ersatz der

¹⁾ Siehe S. 681.

natürlichen Seide darstellen, nicht erhalten werden können, sondern daß diese Lösungen sich höchstens für die Herstellung von Kohlenfäden eignen. Es gelang nicht, aus diesen Lösungen die zur Herstellung von künstlicher Seide erforderlichen Fäden von etwa 0,004—0,009 mm Durchmesser zu erzeugen, während die aus künstlichen Zellulosefäden hergestellten Kohlenfäden bei gleicher Länge das tausendfache Volumen haben. Es zeigte sich, daß solche Lösungen nicht geeignet sind, um sie durch hinreichend feine Öffnungen hindurchfließen lassen oder pressen zu können und dabei einen ununterbrochenen haltbaren Faden von der verlangten Feinheit zu erzeugen. Außerdem war der 60—80% betragende und mit Alkohol auszuwaschende Gehalt an Chlorzink für die Verwendbarkeit und Haltbarkeit der Fäden hinderlich. Weitere Versuche zeigten, daß bei Anwendung eines geeigneten Lösungsmittels, welches genügend Zellulose aufzulösen vermag, und bei welchem die erzeugte Lösung die geeignete Konsistenz und Fähigkeit, filtriert zu werden, besitzt, die Herstellung genügend feiner und haltbarer, den Seidenfäden ähnlicher Fäden möglich ist. Es gelang dies bei der Anwendung einer geeigneten Kupferoxydammoniaklösung, mit deren Hilfe man bisher nur durch Eintrocknen in Schalen Häutchen erzeugen konnte, die alsdann in Streifen zerschnitten wurden und als Rohmaterial für Glühlampenkohlenfäden Verwendung finden sollen, ihrer schwierigen Herstellung halber jedoch nie in die Praxis eingeführt wurden.

Es wurde nun gefunden, daß man mit Hilfe des Kupferoxydammoniaks imstande ist, die für die Herstellung künstlicher Seide notwendigen, oben angegebenen Bedingungen zu erfüllen und so unter Anwendung billiger und in einfacher Weise in nutzbarer Form wiedergewinnbarer Chemikalien den bei der Kunstseideherstellung aus Nitrozellulose über die Nitrozellulose bisher eingeschlagenen Umweg zu vermeiden, bei welchem kostspielige Stoffe, wie Salpetersäure, Alkohol, Äther und Denitrierungsmittel, verwendet werden. Für die Herstellung der künstlichen Seide hat es sich weiterhin als eine notwendige Bedingung erwiesen, die Zersetzung der gelösten Zellulose zu vermeiden. Beispiel: Zellulose irgendwelcher Herkunft wird zunächst durch Waschen mit verdünnter Alkalilösung entfettet, sorgfältig getrocknet und darauf in Kupferoxydammoniaklösung gelöst. Diese kann zweckmäßig durch Einwirkung von Luft auf metallisches Kupfer in Gegenwart von Ammoniakwasser, u. U. unter Zusatz eines sich nicht lösenden elektro-negativeren Metalles, wie z. B. Platin, oder unter Mitwirkung des elektrischen Stromes erzeugt sein, wobei man auch die Luft durch reines Sauerstoffgas ersetzen kann. Die Lösung enthält vorteilhaft mindestens etwa 15 g Kupfer und etwa das Zehnfache an Ammoniakgas im Liter. Man löst etwa 45 g Zellulose oder auch etwas mehr in 1 l einer solchen Kupferoxydammoniakflüssigkeit auf. Die vollständige Lösung erfordert etwa 8 Tage. Da die Löslichkeit der Zellulose in Kupferoxydammoniaklösung mit steigender Temperatur abnimmt, andererseits die Zersetzung der Zellulose in obiger Lösung mit steigender Temperatur zunimmt, so ist es zweckmäßig, die Lösungsgefäße möglichst kühl zu halten. Um nun eine derartige, bei möglichst niedriger Tem-

peratur hergestellte Lösung zur Bereitung künstlicher Seide verwenden zu können, ist es erforderlich, daß die Lösung vollkommen homogen ist, so daß sie vor ihrer Verwendung sorgfältig filtriert werden muß. Als Filter können Gewebe aus Wolle, Schießbaumwolle, Glaswolle, auch kann Sand Verwendung finden. Die Filtration kann mittels Nutsche oder Zentrifuge ausgeführt werden. Die Lösung tritt dann durch feine Öffnungen in eine die Zellulose abscheidende Fällflüssigkeit, z. B. verdünnte Essigsäure. Die abgeschiedenen Zellulosefäden werden auf eine in einem Bad von verdünnter Säure, z. B. Essigsäure, umlaufende Walze naß aufgewickelt; nach Entfernung des Kupfers und des Ammoniaks, welche beide aus diesem Bade als die entsprechenden Salze wiedergewonnen werden, werden die Fäden von der Walze abgehaspelt und bei diesem Abhaspeln durch warme Luft oder erwärmte Walzen getrocknet und dann gespult. Gewünschtenfalls kann man mit der Zellulose auch noch Seidenabfälle auflösen oder auch Stoffe zufügen, welche zur Beschwerung sowie zur Erhöhung des Glanzes, der Festigkeit usw. dienen, was jedoch nicht zum Wesen der Erfindung gehört, welches darin besteht, eine vollkommen homogene Zelluloselösung von geeigneter Konsistenz zu verwenden, bei deren Herstellung eine Zersetzung der Zellulose vermieden ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide, darin bestehend, daß man eine bei niedriger Temperatur hergestellte Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak aus feinen Öffnungen in eine diese Lösung zersetzende Flüssigkeit (z. B. Essigsäure) austreten läßt, wobei die Fäden evtl. auf eine in dieser Flüssigkeit rotierende Walze aufgehaspelt werden.

Ein zur Ausführung des obigen Verfahrens dienender Apparat ist in dem schweiz. P. 16 077 von Fremery und Urban beschrieben.

Nach Bronnert, Fremery und Urban.

206. Dr. E. Bronnert, Niedermorschweiler, Kreis Mülhausen i. Els., Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch, Reg.-Bez. Aachen. Verfahren zur Darstellung von seidenähnlichen Zellulosefäden. D.R.P. 119 230 Kl. 29 b vom 10. VII. 1900 (gelöscht); brit. P. 20 801¹⁹⁰⁰; österr. P. 6064; Ver. St. Amer. P. 672 350.

Es ist bekannt, daß nicht nur Lösungen von Kupferhydroxyd in Ammoniak Zellulose zu lösen vermögen, sondern daß auch Lösungen gewisser anderer Kupfersalze in Ammoniak imstande sind, Zellulose zu lösen (vgl. Vierteljahrsschr. d. Naturforschenden Gesellschaft in Zürich, 1857, 2. Jahrg., S. 396 u. f.; Ed. Schweizer, dieselbe Zeitschrift 1859, 4. Jahrg.). Merkwürdigerweise sind indessen bis jetzt nur Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak zur Verarbeitung zu künstlichen feinen, seidenähnlichen Fäden gekommen.

Es wurde nun die Entdeckung gemacht, daß die Lösungen von Zellulose in ammoniakalischen Lösungen gewisser anderer Kupfersalze ebenfalls recht wohl spinnbar sind, insofern der Gehalt der Lösungen an fester Zellulose nur genügend groß ist. Am besten eignen sich in der

Kälte gesättigte Lösungen von Kupferkarbonat in etwa 16–18%iger wässriger Ammoniakflüssigkeit zum Lösen von Zellulose, da diese mehr Kupferkarbonat enthalten als solche, die bei höherer Temperatur hergestellt sind. Auch die Auflösung der Zellulose erfolgt zweckmäßig in der Kälte, da sie rascher vor sich geht; außerdem ist es noch vorteilhaft, die fertige Lösung bis zum Verspinnen bei niedriger Temperatur aufzubewahren, da dadurch in wirksamer Weise jede die Spinnfähigkeit der Lösungen und die Festigkeit der fertigen Fäden beeinträchtigende Zersetzung der gelösten Zellulose vermieden wird. Die so hergestellten Lösungen haben den Vorteil, daß sie ohne Schaden auch mehr Kupfer enthalten können, als den molekularen Verhältnissen entspricht, wie solche zweckmäßig innegehalten werden müssen bei der Verwendung von Kupferhydroxyd. Ein weiterer wesentlicher Vorteil dieser Lösungen besteht darin, daß diese viel weniger dem Verderben ausgesetzt sind als Zelluloselösungen in Kupferoxydammoniak, indem Salze, wie z. B. Kupferkarbonat, keine oxydierende Wirkung ausüben. Es wird also selbst bei längerer Aufbewahrung weder das Ammoniak zu salpetriger Säure noch die Zellulose zu Oxyzellulose oxydiert. Als Zellulosematerial kann gewöhnliche entfettete und gebleichte Baumwolle verwendet werden; indessen ist es vorteilhaft, zur Erzielung von Lösungen von noch höherem Zellulosegehalt Zellulose zu verwenden, welche vorher nach bekanntem Verfahren einer Aufschließung unterworfen worden ist. Die Verarbeitung der Lösungen zu Fäden geschieht in bekannter Weise durch Austretenlassen der Lösung durch kapillare Mundstücke in verdünnte Säure und Aufwickeln des seines Lösungsmittels heraubten Zellulosefadens auf Spulen. Die fertigen Fäden verhalten sich wie reine Zellulose. Substantive Farbstoffe färben die Fäden direkt an, basische nur echt, wenn die Fäden vorher gebeizt wurden, z. B. mit Tannin und Brechweinstein.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zellulosefäden, dadurch gekennzeichnet, daß man in ammoniakalischer Kupferkarbonatlösung aufgelöste Zellulose in bekannter Weise durch kapillare Mundstücke in verdünnte Säure austreten läßt und die Fäden auf Spulen aufwickelt.

Nach Vereinigte Glanzstofffabriken Akt.-Ges.

207. Vereinigte Glanzstofffabriken Akt.-Ges., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von durchsichtigen, festen und elastischen Zellulosefäden und Filmen.

D.R.P. 169 567 Kl. 29b vom 17. I. 1905 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 806 533; brit. P. 1283¹⁹⁰⁵; franz. P. 351 208.

Wendet man das Verfahren des Patentes 98 642¹⁾ auf Fäden von größerer Dicke an, indem man die Zelluloselösung durch größere Kapillaren hindurch in die Fällflüssigkeit hineinpreßt, so geht die Fadenbildung zwar recht gut vonstatten, die nach dem sauren Waschen blei-

¹⁾ Siehe S. 183.

benden Fäden sind aber von einem so matten Glanze und verhältnismäßig so wenig elastisch, daß sie technisch wertlos sind.

Ganz anders sind die Ergebnisse, wenn in der Weise gearbeitet wird, daß die z. B. durch Schwefelsäure von 30—65%¹⁾ von Kupfer und Ammoniak befreiten Fäden oder Films nach dem Aufwickeln auf einen starren Zylinder in einem Bad von konzentrierter Natronlauge einige Zeit umlaufen gelassen werden und dann erst, z. B. auf der in der Patentschrift 111 409²⁾ beschriebenen Vorrichtung, bis zur Entfernung der Natronlauge mit Wasser, u. U. unter Zusatz z. B. kleinster Mengen Essigsäure, gewaschen und unter Spannung getrocknet werden. Der Effekt ist überraschend. Die kupferfreien Fäden sind glasartig durchsichtig, von großer Festigkeit und Elastizität. Diese merkwürdige Tatsache läßt sich wie folgt erklären: Beim früher üblichen Verfahren des Rotierenlassens des in Schwefelsäure von 35—60% gesponnenen Fadens in verdünnter Säure trat beim Austritt des Kupfers und des Ammoniaks aus dem Zellulosemolekül unter Volumvergrößerung eine Aufnahme von Wasser ein. Die Abspaltung des Hydratwassers beim Trocknen veränderte die physikalische Beschaffenheit des Fadens derart, daß der Glanz verloren ging. Nach dem neuen Verfahren hingegen wird beim Austritt des Kupfers und des Ammoniaks während des Spinnens in der 35—60%igen Schwefelsäure dem Zellulosemolekül keine Gelegenheit zu einer derartigen Wasseraufnahme gegeben. Es tritt vielmehr bei der sofortigen Nachbehandlung mit Natronlauge zunächst das Natrium an die Stelle des Kupfers und u. U. des Ammoniaks, und es entsteht ein plastischer Faden von Natronzellulose, bei dessen Zersetzung mit verdünnter Säure während des Auswaschens des Natrons jedenfalls nur so wenig Wasser aufgenommen wird, daß beim üblichen Trocknen unter Spannung die Beschaffenheit des Fadens keine nachteilige Veränderung erleidet, sowie der Glanz, die große Festigkeit und Elastizität erhalten bleiben. Beim Einpressen von Kupferzelluloseammoniaklösungen unmittelbar in Natronlauge entstehen Abscheidungen von Kupferzellulose, die besonders nach ihrer Weiterbehandlung ebenfalls wertvoll sind und ähnliche Eigenschaften zeigen wie die Fäden und Films nach dem Verfahren dieser Erfindung. Jenes Verfahren macht aber einen Umweg über die Kupferzellulose nötig, der bei dem Verfahren der vorliegenden Erfindung vermieden wird, indem unmittelbar reine Zellulose erhalten wird unter Wiedergewinnung des Kupfers und des Ammoniaks und ohne Belästigung der Arbeiter durch Ammoniakdämpfe.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von durchsichtigen, festen, elastischen Zellulosefäden oder Filmen, darin bestehend, daß man Zellulosefäden oder Filme, welche in bekannter Weise erhalten werden, indem man Kupferzelluloseammoniaklösungen durch zylindrische oder schlitzförmige Mundstücke in Schwefelsäure auspreßt, auf eine Walze, die in konzentrierter Natronlauge umläuft, aufwickelt, dann mit Wasser oder schwacher Säure wäscht und unter Spannung trocknet.

¹⁾ Vgl. Patentschrift 125 310, S. 311.

²⁾ Siehe S. 346.

208. Vereinigte Glanzstofffabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung künstlicher Textilfasern.

Österr. P. 35 269; D.R.P. 235 134 Kl. 29b vom 4. VIII. 1906; franz. P. 379 935; brit. P. 16 495¹⁹⁰⁷; schweiz. P. 41 109.

Die Herstellung künstlicher Textilfasern setzt sich zusammen aus einer ganzen Reihe von Einzelverfahren von der Faserformung an bis zur Erzielung der gebrauchsfertigen Faser. Man hat vorgeschlagen, die Herstellung solcher künstlichen Textilfaser aus Nitrozellulose, bei welcher die Faser gleich nach ihrer Formung durch Austreibung des Lösungsmittels eine gewisse Festigkeit aufweist, in einem kontinuierlichen Gesamtverfahren zu bewirken¹⁾. Abgesehen davon, daß dieses sog. Gesamtverfahren eigentlich aus einer Reihe getrennter Einzelverfahren besteht, und daß es aus technischen Gründen nicht durchführbar ist, z. B. weil die immerhin doch langsamer sich vollziehende Denitrierungsoperation die Geschwindigkeit der Fadenbewegung in hinderlicher Weise stark herabsetzt oder unmöglich macht, konnte dieses Verfahren wegen der unmittelbar nach der Formung erzielten Festigkeit der Nitrozellulosekunstfaser als solches immerhin möglich erscheinen. Einem solchen kontinuierlichen Herstellungsverfahren künstlicher Textilfasern aus den wässrigen Zelluloselösungen, insbesondere aus Lösungen von Kupferoxydammoniakzellulose oder Zellulosexanthogenat, mußte aber von vornherein die stark gallertartige unfeste Beschaffenheit der hieraus geformten Zellulosehydratfäden hinderlich erscheinen. Versuche im Betriebe, die zu vorliegender Erfindung führten, haben indessen gezeigt, daß die Erzeugung eines fertigen festen Fadens im kontinuierlichen Betrieb vom Augenblick des Austritts aus der Spinndüse ab bis zum Aufwickeln auf die Zwirnspeindel sehr wohl möglich ist, und daß hierbei sogar ganz besondere Vorteile, z. B. des äußerst geringen Zeitaufwandes (Bruchteil einer Minute anstatt Tage) sowie der Verbesserung der Güte des Fadens, erzielt werden, trotzdem der aus der Spinndüse herauskommende gefällte Faden infolge seiner weichen, gallertartigen Beschaffenheit so sehr empfindlich ist.

Es wurde gefunden, daß es gut gelingt, die bei der Fällung entstehenden Zellulosehydratgebilde fast augenblicklich in durchaus kontinuierlicher Weise in feste hochglänzende Fäden überzuführen. Überraschenderweise ergab sich dann weiter, daß die nach dem neuen Verfahren erzeugten Fäden nicht mehr die Mängel der nach den bisherigen Verfahren erhaltenen Produkte aufwiesen. Wohl infolge davon, daß die im Verlaufe der Fabrikation stattfindenden chemischen und physikalischen Vorgänge auf jedes Teilchen allseitig und unter weitgehend konstanten Bedingungen zur Wirkung kommen, gestalten sich die Fäden ungemein gleichmäßig. Es tritt nicht mehr die lästige Erscheinung auf, daß einzelne Stellen des Fabrikats sich verschieden stark in einem und demselben Farbbad färben oder an verschiedenen Stellen einen verschiedenen Glanz zeigen. Endlich erreichen Zugfestigkeit und Elastizität eine bislang nicht gekannte Höhe und Regelmäßigkeit. Es läuft der so

¹⁾ Vgl. schweiz. Patentschrift 4984, S. 26.

erreichte technische Effekt parallel mit einem nicht minder großen ökonomischen Effekt. Es fallen nicht nur alle die bislang zumeist benutzten lästigen Glaswalzen zum Aufspulen der Fäden weg und die damit verbundenen Verluste, ferner alle durch das intermittierende Behandeln jeweils bestimmter begrenzter Mengen Material bedingten Abfälle, ferner alle die schädlichen Beeinflussungen der zarten Gebilde, welche durch mechanische Verletzungen, Verklebungen, Verwirrungen, lokale Überhitzungen bei chemischen Reaktionen usw. entstehen, sondern es ist die Verkürzung der Herstellungszeit des trockenen Fadens von einigen Tagen auf nur mehr wenige Sekunden ein gewerblicher Fortschritt von der allergrößten Bedeutung.

Bis jetzt verfuhr man im technischen Großbetrieb derart, daß die wässrigen Zelluloselösungen durch Düsen in ein geeignetes Fällungsmittel, Säuren, Basen, Salze oder Spiritus eingepreßt wurden. Es entstand ein gallertartiger Zellulosehydratfaden, der auf Glaswalzen aufgewickelt werden mußte, da er der nötigen Festigkeit und Handlichkeit entbehrte, um sofort richtig gezwirnt oder in Strangform gebracht werden zu können. Es mußte infolgedessen das Befreien der Fäden von den anhaftenden Chemikalien derart geschehen, daß jede mit Fäden besponnene Walze je nach der Art der Fäden mit Lösungen von Säure, Salzen oder mit Wasser gewaschen werden mußte. Da aber die gallertartige Fadenschicht dem Durchdringen der Waschflüssigkeit nicht unerheblichen Widerstand entgensetzte, war die Operation langwierig und nur unter Zuhilfenahme von viel Zeit (6—8 Stunden) und besonderer Waschmethoden durchzusetzen. Das Verfahren wurde noch dadurch um so umständlicher, viel Flächenraum und viele menschliche Hände beanspruchend, als die Fadenschichten auf den Walzen nur recht dünn genommen werden durften, wenn die Waschflüssigkeiten überhaupt so gründlich durchdringen sollten, daß ein Verkleben der Fäden und somit eine schlechte Abspulbarkeit und ein Flüssigwerden (d. i. etwa Rauwerden) der getrockneten Fäden vermieden wird. Auch der Glanz der Fäden wurde um so mehr beeinträchtigt, je dicker die Fadenschicht genommen wurde, infolge ungenügend gleichmäßiger Spannung der einzelnen Fadenschichten beim Trocknen. Man hat wohl versucht, die Waschung zu erleichtern, indem man die Fäden erst in einen Topf fallen ließ und darin die Waschung vornahm, wobei der Topf drehbar gemacht werden konnte, um die Fäden zur Vermeidung des Verwirrens so weit vorzuzwirnen, als das nachfolgende Waschen es zuließ, oder wobei der Topf ruhig stehen konnte und die Fäden kunstvoll übereinander gehäuft wurden, oder wobei der Topf zu einer rasch rotierenden Zentrifuge ausgebildet war, die gestatten sollte, die Waschflüssigkeiten unter gewissem Druck durch die Fasermassen zu senden. Abgesehen von anderen schweren Unzuträglichkeiten helfen diese Verfahren indessen immer noch nicht über die Notwendigkeit des zeitraubenden und viel Abfall lassenden Aufspulens des schwachen gallertartigen Fadens in dünnen Schichten auf Walzen und das nachfolgende langsame Trocknen fort. Ja, man kann wohl sagen, daß diese Verfahren noch kostspieliger waren als die früheren, welche wenigstens gestatteten,

eine einmal aufgespulte Fadenmenge mit ziemlicher Sicherheit und ohne Verletzungen durch alle Fährlichkeiten der Behandlung zu bringen. Das Trocknen war bislang recht langwierig, wenn es einen hochglänzenden, festen und gleichmäßig elastischen Faden geben sollte. Ein Trocknen im heißen Luftstrom war nicht angängig, da das Zellulosehydrat ein recht empfindlicher Körper ist und bei rasch einwirkender Hitze sich bräunt unter Zersetzung und Einbuße der Festigkeit. Es mußte daher bei vergleichsweise niedriger Temperatur getrocknet werden, und es vergingen etwa drei Tage, bis eine Kammer mit etwa 100 kg auf Walzen aufgespulter Fäden trockenes, nach weiterer Behandlung abspulbares Fabrikat lieferte. Allerdings ist früher schon von der Patentnehmerin beobachtet worden, daß das Trocknen nicht unerheblich abgekürzt werden konnte, wenn mittels überhitzten Dampfes die vorherige Abspaltung des im Zellulosehydrat chemisch gebundenen Wassers bewirkt wurde¹⁾. Wegen der geringen Widerstandsfähigkeit der Walzen und wegen des großen Dampfaufwandes scheiterte indessen bislang die praktische Verwirklichung des Verfahrens im Großbetrieb. Die trockenen Fäden mußten dann neuerdings während etwa eines Tages behufs Lockermachung auf den Walzen angefeuchtet werden, ehe an die Arbeit des Abspulens, des Zwirnsens und Haspelns gegangen werden konnte.

Es war daher überraschend, festzustellen, daß das Trocknen unter Spannung und ohne eintretende Bräunung vorgenommen werden konnte, wenn der nasse Zellulosehydratfaden z. B. um einen rotierenden, auf 100° und mehr geheizten Metallzylinder von genügendem Durchmesser herumgeführt wurde. Das Ausbleiben der schädlichen Bräunung läßt sich so erklären, daß unter dem Einfluß des heißen Zylinders und dank der Einzahl der Fäden sich um jeden Faden eine Dampfhülle bildet, die einerseits die volle Berührung mit dem heißen Metall ähnlich wie bei dem bekannten Leidefrostschen Phänomen aufhebt und andererseits augenblicklich und ohne Schaden die Abspaltung des chemisch gebundenen Wassers bewirkt. Schon 1—1,50 m Weglänge, auf der heißen Metallfläche rasch zurückgelegt, genügen, um sofort einen glänzenden gleichmäßigen trockenen Faden zu erlangen. Damit war aber der Weg gewiesen zum Kontinuespinnen. In der Tat genügte es, die aus den Düsen austretenden und u. U. zu Bündeln vereinigten Fäden über eine die Abzugsgeschwindigkeit regelnde Vorrichtung, z. B. eine Walze oder ein zwischen zwei Walzen umlaufendes Tuch ohne Ende, der geheizten Trockentrommel oder Trockenplatte entgegenzuführen und unterwegs durch geeignete auffließende Flüssigkeiten, wie Säure, Salzlösungen, Wasser oder Spiritus, die Fäden von anhaftenden Chemikalien zu befreien, um von dem Trockenapparat den fertigen festen Faden von einer Aufwickel- oder noch besser direkt einer Zwirnspeule aufnehmen zu lassen. Es ist klar, daß das Waschen eines einzelnen gleichmäßig dahinziehenden Fadens viel rascher, gründlicher, allseitiger und gleichmäßiger und ohne Beschädigung irgendeiner Art erfolgen kann,

¹⁾ Siehe D.R.P. 121 430, S. 350.

als wenn ganze Schichten von Fäden durchdrungen und ausgewaschen werden müssen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Textilfasern und Zelluloseprodukte jeder Art aus wässrigen Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß unter Vermeidung jeder Unterbrechung der aus der Spinn­düse austretende Faden ununterbrochen durch alle Zwischenoperationen des Fällens, Waschens, Trocknens, Spulens und Zwirnens unter steter Spannung in einem Zuge durchgeführt wird.

Das französische und das britische Patent enthalten 2 Zeichnungen, ebenso das schweizerische, das eine Maschine betrifft. Der Anspruch des D.R.P. lautet:

Verfahren zur Herstellung von künstlichen Textilfäden aus wässrigen Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die aus der Spinn­düse austretenden Fäden, nachdem sie u. U. zu Bündeln vereinigt sind, unter Vermeidung jeder Unterbrechung durch alle Zwischenstufen des Fällens, Waschens, Trocknens, Spulens und Zwirnens in der angegebenen Reihenfolge unter steter Spannung in einem Zuge mit der Maßgabe hindurchgeführt werden, daß beim Trocknen die einzelnen oder zu Bündeln vereinigten Fäden über einen geheizten rotierenden Metall­zylinder geführt werden.

Nach Thiele.

209. Dr. E. Thiele, Barmen. Verfahren zur Erzeugung künstlicher Textilfäden aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 154 507 Kl. 29 b vom 20. I. 1901 (gelöscht); franz. P. 320 446; brit. P. 8083¹⁹⁰²; österr. P. 21 119; Ver. St. Amer. P. 710 819.

Das Verfahren beruht auf der Beobachtung, daß das für Nitro­zelluloselösungen benutzte Streckspinnverfahren von Lehner¹⁾ sich unter gewissen Bedingungen auch auf wässrige Zelluloselösungen, insbesondere Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, anwenden läßt und hier einen erheblichen Fortschritt in der Kunstseideerzeugung zu erzielen gestattet, nämlich einen künstlichen Textilfaden, welcher hinsichtlich Feinheit der natürlichen Kokonfaser gleichkommt und eine wesentlich größere Festigkeit und Elastizität, besonders in feuchtem Zustande, zeigt als alle bekannten Kunstseiden, also sich auch für solche Artikel verwendbar erweist, welche höhere Anforderungen an die Faserfestigkeit in trockenem und feuchtem Zustande stellen und daher bisher noch aus natürlichen Textilfäden hergestellt werden mußten. Das neue Verfahren besteht darin, konzentrierte Kupferoxydammoniak­zelluloselösungen aus weiten Öffnungen in eine sehr langsam wirkende Fällflüssigkeit austreten zu lassen und hierin zu feinen Fäden auszu­strecken. Es empfiehlt sich hierbei, die zur Streckung dienende, lang­sam wirkende Fällflüssigkeit und die zur vollständigen Erstarrung des Fadens erforderliche energisch wirkende Zersetzungsflüssigkeit zu schichten, um eine Entfernung der halberstarrten und daher sehr emp-

¹⁾ Patentschrift 58 508, vgl. S. 23.

findlichen Fäden aus dem Bade vor ihrer völligen Erstarrung zu vermeiden. Als langsam fallende Flüssigkeiten können beispielsweise dienen: Wasser von 0—50°, ätherische Flüssigkeiten, wie Äther, Essigäther und andere Äther, Benzol, Chloroform, Kohlenstofftetrachlorid u. dgl. Solche Flüssigkeiten, die für sich nicht fallend wirken, können durch Zusatz anderer Stoffe zum Ausziehen der Zelluloselösungen brauchbar gemacht werden, z. B. Öle und Fette durch Zusatz von Olein, Ligroin durch Zusatz von Äther, Alkohol und ähnlichen Stoffen, Wasser durch Zusatz von Alkohol, Äther, Glycerin, Salzen, Säuren und anderen in Wasser löslichen Stoffen. Mit diesen Beispielen ist jedoch die Zahl der brauchbaren Fällungsmittel keineswegs erschöpft. Bedingung für die Brauchbarkeit der betreffenden Mittel ist, daß sie auf die konzentrierten Zelluloselösungen nur langsam fallend wirken und daher zur Bildung des starren Fadens erst nach einem gewissen Zeitraum der Einwirkung führen. Flüssigkeiten, welche, wie starke Säurelösungen, die Zelluloselösungen sofort unter Abscheidung der Zellulose zersetzen, oder welche eine sofortige Koagulation der Zelluloselösungen bedingen, sind für das Verfahren nicht brauchbar. Ebenso wenig lassen sich Flüssigkeiten, welche weder Wasser noch Ammoniak aus der Zelluloselösung aufnehmen, zum Ausziehen der Fäden verwenden.

Die praktische Ausführung des Erfindungsgedankens gestaltet sich beispielsweise folgendermaßen: 1. Eine hochkonzentrierte Kupferoxydammoniaklösung von Zellulose gelangt ohne Anwendung besonderen Druckes aus einem höher gelegenen Behälter mittels mehrerer etwa 1 mm weiter Ausflußöffnungen durch die Seitenwand in ein Bassin, welches etwa 1 m lang ist und als Fällflüssigkeit Äther enthält. Die zunächst an der Spitze der Ausflußöffnungen hängenden Tropfen der Zelluloselösung werden mittels Greifapparate gemeinsam gefaßt und zu einer außerhalb des Bassins in einer Säure rotierenden Glaswalze geführt. Die aus der Fällflüssigkeit austretenden, mit Flüssigkeit getnetzten Einzelfasern hängen fest aneinander und werden innerhalb oder außerhalb des Bades durch eine vor der Aufwickelvorrichtung laufende Führung zwecks Verteilung auf ihr hin- und hergeleitet. 2. Die Verarbeitung der Zelluloselösung geschieht in gleicher Weise wie oben, nur sind die Ausflußöffnungen so angeordnet, daß sie sich in einer Vertiefung am Boden des Fällungsbades befinden. Es wird hierdurch ermöglicht, die Temperatur der die Ausflußöffnungen umgebenden Flüssigkeit niedriger zu halten als die des im übrigen Teil des Bassins befindlichen Fällungsmittels. Als Flüssigkeit wird Wasser benutzt, und zwar mit Temperaturen von 40—50° und 95—100°. Die weitere Verarbeitung des Fadens erfolgt wie oben beschrieben. An Stelle des heißen Wassers kann auch eine Oleinschicht benutzt werden. Der Austritt der Zelluloselösung und das Ausziehen des Fadens erfolgt in den vorstehend beschriebenen Flüssigkeiten außerordentlich gleichmäßig. Sobald das Verhältnis zwischen Drehungsgeschwindigkeit der Walze und Austritt der Zelluloselösung passend geregelt ist, findet ein Abreißen des Fadens überhaupt nicht mehr statt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Erzeugung künstlicher Textilfäden aus Zelluloselösungen durch nachträgliches Ausstrecken von aus weiten Spinnöffnungen austretenden dickeren Fäden, gekennzeichnet durch die Anwendung einer konzentrierten Kupferoxydammoniakzelluloselösung als Spinnflüssigkeit und einer langsam wirkenden Fällflüssigkeit.

2. Eine Ausführungsform des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Fadenstreckung dienende, langsam wirkende Fällflüssigkeit und die zur Erstarrung des Fadens erforderliche energisch wirkende Zersetzungsflüssigkeit geschichtet werden, um die Entfernung der halberstarrten, sehr empfindlichen Fäden aus dem Bade vor ihrer völligen Erstarrung zu vermeiden.

210. Dr. E. Thiele, Barmen. Verfahren zur Erzeugung von Fäden aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 157 157 Kl. 29b vom 9. III. 1901 (gelöscht), Zus. z. P. 154 507; franz. P. 320 446; brit. P. 8083¹⁹⁰²; Ver. St. Amer. P. 710 819.

Bei dem in dem Hauptpatent (s. vorstehend) beschriebenen Verfahren wird zum Ab- und Ausziehen der aus den Zelluloselösungen gebildeten Fäden eine äußere Streckkraft benutzt, welche beispielsweise durch eine rotierende Walze erzeugt werden kann. Weitere Versuche haben ergeben, daß man zum Ausziehen der Fäden innerhalb des langsam wirkenden Fällungsmittels auch ihre eigene Schwere benutzen kann. Während nämlich die Fäden in dem schnell wirkenden Fällungsmittel rasch das in ihnen enthaltene Metall verlieren und dann wegen des geringen spezifischen Gewichts der Zellulose nur langsam in der Flüssigkeit herabsinken, üben die in dem langsam wirkenden Fällungsmittel gebildeten metallhaltigen und deshalb schweren Fäden eine starke Zugkraft aus und bewirken daher bei genügender Fallhöhe eine Reckung und Verfeinerung des oberen Fadenteils. Diese Ausführungsform stellt nicht nur eine wesentliche Vereinfachung des Verfahrens des Hauptpatentes dar, da sie äußere Streckkräfte gänzlich entbehrlich macht, sondern liefert auch sehr gleichmäßige Ware, da die Schwere des Fadens bei normalem Betrieb eine außerordentlich gleichartig wirkende Streckkraft bildet und bei Betriebsstörungen nicht sofort zum Fadenbruch führt wie die ohne Rücksicht auf etwaige Störungen in der Fadenbildung stetig fortwirkenden äußeren Streckkräfte. Die Fallhöhe in dem langsam wirkenden Fällungsmittel richtet sich nach dessen Wirkungsgrade, nach dem Durchmesser der Spinnöffnung, der Konzentration der Zelluloselösung, der gewünschten Fadenfeinheit usw. Bei der praktischen Ausführung empfiehlt es sich, die langsam und schnell wirkenden Fällflüssigkeiten übereinander zu schichten oder in kommunizierenden Behältern anzubringen, so daß der austretende Faden zunächst das langsam wirkende Fällungsmittel, z. B. warmes Wasser, passiert, hier durch sein Eigengewicht ausgezogen wird und sodann sofort zwecks völliger Zersetzung in das schnell wirkende Mittel, z. B. mäßig verdünnte Säure, eintritt, ohne in dem sehr empfindlichen Zustande der unvollkommenen Zersetzung weiteren Behandlungen ausgesetzt zu

werden. Das Ausziehen des Fadens in dem langsam fallenden Mittel kann noch dadurch unterstützt werden, daß man der Fallflüssigkeit eine starke Strömung in der Richtung des Fadenaustritts erteilt, so daß sie den gebildeten Faden mit sich reißt.

Fig. 142 und 143 stellen 2 Apparate zur Ausführung der beschriebenen Verfahren schematisch dar. In Fig. 142 treten aus dem brausenförmigen Spinnrohr *a* zahlreiche Fäden aus; sie werden in dem mit langsam wirkender Fällflüssigkeit gefüllten Rohr *b* durch ihr Eigengewicht stark gedehnt, gelangen durch das enge Verbindungsstück *c* in das mit *b* kommunizierende Rohr *d*, welches mit schnell wirkender Fällflüssigkeit gefüllt ist, um nach dem Verlassen von *d* in üblicher Weise aufgewickelt, abgesäuert und gewaschen zu werden. Der Weg der Fäden ist in der Zeichnung durch punktierte Linien angedeutet.

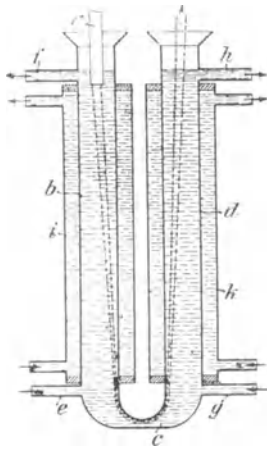


Fig. 142.

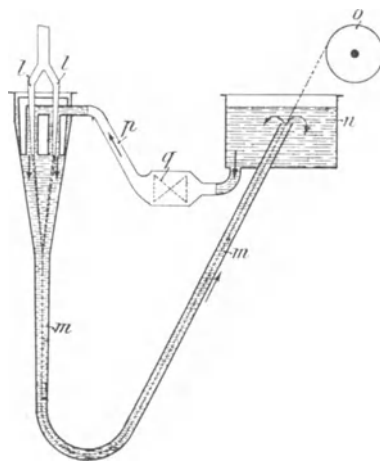


Fig. 143.

Um die nach längerem Gebrauch unwirksam werdenden Fällflüssigkeiten in den Rohren *b* und *d* durch frische ersetzen zu können, sind diese Rohre mit Zu- und Abflußröhren, *e*, *f*, *g* und *h* versehen. Um ferner die Fällflüssigkeiten in den Rohren *b* und *d* abkühlen oder erhitzen zu können, sind die Rohre von Mantelrohren *i*, *k* umgeben, in denen Kühl- oder Heizflüssigkeit umläuft. In Fig. 143 treten die Fäden aus den Spinnröhren *l* aus; sie gelangen durch das mit langsam wirkender Fällflüssigkeit gefüllte Rohr *m* in den mit derselben Flüssigkeit gefüllten Behälter *n*, werden auf die Walze *o* aufgewickelt und auf dieser nacheinander mit der schnell wirkenden Fällflüssigkeit, mit Säure und mit Wasser behandelt. Um die austretenden Fäden im Rohr *m* zu dehnen, ist in das Verbindungsrohr *p* zwischen *m* und *n* ein Flüssigkeitsmotor *q* eingeschaltet, welcher die Fällflüssigkeit energisch in der Austrittsrichtung der Fäden durch das Rohr *m* jagt und die dicken Fäden dadurch feiner auszieht.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Erzeugung von Fäden aus Zelluloselösungen nach dem Verfahren des Patents 154 507, dadurch

gekennzeichnet, daß das Ausziehen der Fäden in dem langsam wirkenden Fällungsmittel durch das eigene Gewicht des herabsinkenden Fadens bewirkt wird.

2. Eine Ausführungsform des unter 1. beanspruchten Verfahrens, darin bestehend, daß der aus der Spinnöffnung herabsinkende Faden erst eine zur Verfeinerung genügend hohe Schicht des langsam wirkenden Fällungsmittels passiert und dann sofort in das darunter geschichtete oder in einem kommunizierenden Behälter angebrachte schnell wirkende Fällungsmittel eintritt.

3. Bei dem unter 1. und 2. beanspruchten Verfahren die Verfeinerung des austretenden Fadens in dem langsam wirkenden Fällungsmittel durch eine starke Strömung der Fällflüssigkeit in der Richtung des Fadenaustritts.

Über Streckspinnen s. H. Ost, Zeitschr. f. angew. Chem. 1918, Bd. 1, S. 142ff.

211. Dr. E. Thiele, Brüssel. Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fäden aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 173 628 Kl. 29b vom 14. VI. 1902 (gelöscht), Zus. z. P. 154 507; österr. P. 27 671.

Bei dem im Hauptpatent 154 507 und dem Zusatzpatent 157 157 (s. vorstehend) beschriebenen Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fäden durch Ausstrecken der aus konzentrierter Kupferoxydammoniakzelluloselösung als Spinnflüssigkeit erhaltenen dickeren Fäden in einer langsam wirkenden Fällflüssigkeit tritt zuweilen der Übelstand auf, daß die außerordentlich feinen Fäden aneinander kleben und geringen Glanz zeigen.

Das vorliegende Verfahren beruht nun auf der Beobachtung, daß sich der Übelstand des Aneinanderklebens der Fäden vermeiden und ein besonders hoher, nicht opalisierender Glanz erzielen läßt, wenn man als Fällbad eine alkalische Flüssigkeit wählt. Die praktische Ausführung des Erfindungsgedankens bietet nach den Angaben des Haupt- und ersten Zusatzpatentes keine weiteren Schwierigkeiten. Als Fällflüssigkeit kann besonders Wasser mit geringem Zusatz von Alkalilauge Verwendung finden.

Patentanspruch: Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fäden aus Zelluloselösungen nach den Patenten 154 507 und 157 157, dadurch gekennzeichnet, daß als langsam wirkendes Fällbad eine alkalische Flüssigkeit, insbesondere schwache wässrige Alkalilösung, benutzt wird.

Nach Uebel.

212. Gebrüder Uebel, Plauen i. Vogtl. Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 225 161 Kl. 29b vom 25. VI. 1905 (gelöscht), Zus. z. P. 154 507; österr. P. 37 119; franz. P. 367 979; brit. P. 15 133¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 909 257.

Bei dem Verfahren des Hauptpatentes und der Zusatzpatente 157 157 und 173 628 (s. vorstehend) macht sich der Übelstand geltend,

daß die durch Streckung aus konzentrierten Kupferoxydammoniakzelluloselösungen in langsam wirkenden Fällbädern erhaltenen außerordentlich feinen Fäden aneinanderkleben und daher ein hartes, strohiges, roßhaarähnliches Produkt liefern. Durch Anwendung eines alkalischen Fällbades gemäß dem Zusatzpatent 173 628 läßt sich dieser Mangel bereits etwas beheben.

Die vorliegende Erfindung beruht nun auf der Beobachtung, daß sich der Übelstand vollständig beseitigen läßt und eine offene, weiche Kunstseide erhalten werden kann, wenn man die in dem langsam wirkenden Fällmittel erzeugten feinen Fäden noch vor dem Absäuern mit konzentrierter Alkalilauge nachbehandelt. Es wurde bereits vorgeschlagen, durch Verspinnen, konzentrierter Kupferoxydammoniakzelluloselösungen in konzentrierter Alkalilauge und Nachbehandlung der so gewonnenen Fäden mit der gleichen Flüssigkeit dicke, roßhaarartige Fäden zu erzeugen. Die Nachbehandlung hat in diesem Falle aber lediglich den Zweck, die Festigkeit und Elastizität der dicken Fäden zu erhöhen; denn der Mangel, der gemäß dem vorliegenden Verfahren beseitigt werden soll, tritt bei jenen älteren Verfahren überhaupt nicht auf, da dort ein Strecken der Fäden in einer langsam wirkenden Fällflüssigkeit nicht stattfindet. Beispiel: Die aus konzentrierter Kupferoxydammoniakzelluloselösung zunächst erzeugten dicken Fäden werden in schwach alkalischen Bädern fein gestreckt, danach durch Natronlauge von 39° Bé gezogen und dann entweder sofort beim Aufwickeln oder nach einiger Zeit lose im Strang abgesäuert.

Patentspruch: Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen gemäß den Patenten 154 507, 157 157 und 173 628, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden nach ihrer Streckung mit konzentrierter Alkalilauge nachbehandelt werden.

In mehreren der Auslandspatente ist auch die Benutzung verdünnter heißer (kochender) Lauge erwähnt.

Nach Thiele und Linkmeyer.

213. Dr. E. Thiele und R. Linkmeyer, Brüssel. Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fasern.

D.R.P. 179 772 Kl. 29b vom 26. VIII. 1905 (gelöscht); österr. P. 35 264; franz. P. 357 837; brit. P. 16 088¹⁹⁰⁶.

Bei der Herstellung künstlicher Fasern aus Zellulosekupferoxydammoniaklösungen werden neuerdings alkalische oder neutrale Fällbäder angewendet, in welche die Zelluloselösung aus Kapillaren hineingespritzt wird. Das Kupfer wird hierbei in der Faser zunächst in Form mehr oder weniger unlöslicher Verbindungen niedergeschlagen und muß dann nachträglich durch Säuren oder andere die Kupferverbindungen lösende Mittel aus der Faser entfernt werden. Dieser Vorgang erfolgt leichter als bei der unmittelbaren Fällung der Zellulosekupferoxydammoniaklösung durch Säuren, und die entstehende Faser ist stärker und glänzender als bei dieser.

Es wurde gefunden, daß ein noch höherer Glanz, verbunden mit größerer Feinheit der Faser und weicherem Griff des Seidenmaterials

erzielt wird, wenn die Entfernung der in der Faser ausgefüllten Kupferverbindungen durch Säuren oder andere lösende Mittel unter gleichzeitiger starker Spannung erfolgt, und zwar wird der beste Effekt erzielt, wenn die angewendete Spannung so groß ist, daß eine Streckung der Faser über ihre ursprüngliche Länge hinaus erfolgt. Zugleich wurde gefunden, daß, wie bei der Einwirkung von Säure auf die gespannte merzerisierende Baumwollfaser, die Streckung am leichtesten im Augenblick der Säureeinwirkung erfolgt, während vorher zur Streckung eine ziemlich große Kraft nötig und nach erfolgtem Absäuern eine Streckung nur in ganz beschränktem Maße möglich ist. Die Ausführung des Verfahrens erfolgt in der Weise, daß die in einem neutralen oder alkalischen Bad erzeugten Fäden am besten zunächst mit zweckmäßig warmem Wasser gewaschen oder mit anderen Flüssigkeiten, wie Lösungen neutraler Salze, z. B. Glaubersalz-, Sodalösungen od. dgl., behandelt werden, welche das Ammoniak auswaschen, das Kupfer dagegen in Form einer in Säuren löslichen Verbindung zurücklassen. Darauf werden sie während der Behandlung mit Säuren oder anderen die Kupferverbindungen lösenden Mitteln nach einem der bekannten Verfahren einer starken, die Faser über ihre ursprüngliche Länge ausreckenden Spannung unterworfen. Nachdem die Wirkung der Säure zu Ende gekommen ist, kann man die Spannung beseitigen, ohne daß die Faser auf ihre ursprüngliche Länge zusammenschrumpft. Die Fasern werden dann von der Säure befreit und in üblicher Weise weiterbehandelt. Auch bezüglich des Trocknens zeigen die unter Spannung abgesäuerten Fasern ein von den ohne Spannung abgesäuerten Fasern abweichendes Verhalten, insofern sie schon nach dem Trocknen ohne Spannung einen starken Seidenglanz besitzen, während letztere im gleichen Fall völlig glanzlos erscheinen.

Patentanspruch: Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fasern von großer Feinheit, hohem Seidenglanz und besonderer Weichheit, dadurch gekennzeichnet, daß die aus Zellulosekupferoxydammoniaklösungen in bekannter Weise mittels neutraler oder alkalischer Bäder erhaltenen Fasern während der Entfernung der Kupferverbindungen durch Säuren od. dgl. einer gleichzeitigen starken Streckung ausgesetzt werden.

Nach Linkmeyer.

214. R. Linkmeyer, Herford. Herstellung künstlicher Seide aus Zelluloselösungen.

Brit. P. 1501¹⁹⁰⁵; franz. P. 350 888.

Kupferoxydammoniakalische Zelluloselösungen werden bisher durch Eintretenlassen aus mehr oder weniger engen Öffnungen in verdünnte Säure auf künstliche Seide verarbeitet. Erfinder behandelt solche Fäden unmittelbar nach ihrer Bildung mit einer merzerisierend wirkenden Flüssigkeit, z. B. Kali- oder Natronlauge. Eine schwach ammoniakalische Zelluloselösung läßt er aus Öffnungen in verdünnte Säure, z. B. Schwefelsäure von 1 oder 2% oder stärkere, oder ein neutrales Fällbad eintreten. Der entstandene Faden wird sofort, während er noch durch

das Herausziehen aus dem ersten Bade straff ist, in Kali- oder Natronlauge von 10–40° Bé gebracht, mit Wasser gewaschen, durch Behandeln mit 5%iger Schwefelsäure von Salzen befreit, wieder gewaschen und getrocknet. Man erhält glänzendere Fäden, als wenn nur mit Säure oder einem neutralen Bade gefällt wird. Wichtig ist, daß nach dem Verlassen des Fällungsbades kein Trocknen eintritt.

215. R. Linkmeyer. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden, besonders aus Auflösungen von Zellulose in alkalischer Kupferlösung.

Franz. P. 352 528; brit. P. 6356¹⁹⁰⁵; D.R.P. 169 906 Kl. 29a vom 21. III. 1905 (gelöscht); schweiz. P. 35 434; österr. P. 28 595; Ver. St. Amer. P. 796 740.

Statt die aus ammoniakalischer Kupferoxydzelluloselösung gefällten Fäden wie bisher auf Zylinder aufzuwickeln, von denen sie nur schwierig und unter Verlusten abgehaspelt werden können, werden die Fäden bei der vorliegenden Einrichtung in einem rotierenden Spinnkopf aufgesammelt, der außer der Kreisbewegung eine hin- und hergehende Bewegung ausführt. Dadurch lagern sich die Fäden in dem Spinnkopf in sich kreuzenden Lagen etwa nebenstehender Form ab (Fig. 144), kleben nicht zusammen und können leichter weiter verarbeitet werden.

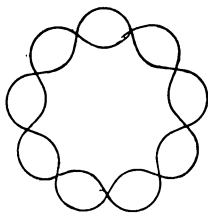


Fig. 144.

Die Ansprüche des D.R.P. lauten: 1. Vorrichtung zur Gewinnung von Kunstseidefäden, insbesondere von Fäden aus einer Lösung von Kupferoxydalkalizellulose, gekennzeichnet durch eine sich drehende Leitwalze, welche die Fäden aus dem Spinnbade zieht und diese, ohne sie aufzuwickeln, einem leicht auswechselbaren Spinnkopf zuführt, auf dessen Boden die Fäden in sich kreuzenden Lagen aufgeschichtet werden.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zwecks Ablagerung der Fäden in sich kreuzenden Schichten der Spinnkopf mit nicht größerer Umfangsgeschwindigkeit als der des einfallenden Fadens in Drehung versetzt wird und außer dieser Drehbewegung noch eine seitliche hin- und hergehende Bewegung erhält. (2 Zeichnungen.)

Eine ähnliche Einrichtung, durch die der Faden in Spiralen abgelegt wird, beschreibt J.-M. de Sauverzac im franz. P. 420 085.

Nach Société générale de la soie artificielle Linkmeyer.

216. Société générale de la soie artificielle Linkmeyer. Verbesserungen in der Herstellung glänzender Zellulosefäden.

Franz. P. 356 402; brit. P. 4761¹⁹⁰⁵; Ver. St. Amer. P. 839 013.

Zum Fälen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mit Säure benutzte man bisher 35–65%ige Schwefelsäure, weil verdünnte Säure wenig widerstandsfähige Fäden gab¹⁾. Nach vorliegendem Verfahren läßt sich eine Zersetzung der Fäden durch die verdünnte Säure ver-

¹⁾ Siehe S. 311.

meiden, wenn man die zu verspinnende Kupferlösung durch Behandeln im Vakuum oder auf andere geeignete Weise von nicht gebundenem Ammoniak befreit hat. Eine etwa 5%ige Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak wird z. B. im Vakuum so weit von Ammoniak befreit, daß noch keine Fällung von Zellulose eintritt. Die so behandelte Lösung läßt man aus feinen Öffnungen in 10--20%ige Schwefelsäure eintreten. Man erhält einen Faden, der noch eine blaue Färbung aufweist, weil er noch Ammoniak und Kupfer enthält. Das Ammoniak verflüchtigt sich während des Aufhaspelns, die Kupfersalze werden in einem zweiten Bade von verdünnter Säure entfernt. Schließlich wird mit Wasser gewaschen und unter Spannung getrocknet.

Das Ver. St. Amer. P. 839 014 desselben Erfinders schreibt nach der Säurebehandlung eine Behandlung mit merzerisierenden Mitteln (Natronlauge) vor.

217. La Société générale de la soie artificielle Linkmeyer, société anonyme, Brüssel. Verfahren zur Herstellung künstlicher glänzender Fäden.

D.R.P. 175 296 Kl. 29 b vom 7. IV. 1904 (gelöscht); österr. P. 30 449.

Es ist bekannt, aus Zellulose, welche in Kupferoxydammoniak aufgelöst ist, künstliche glänzende Fäden in der Weise herzustellen, daß man diese gelöste Zellulose durch enge Öffnungen in saure Flüssigkeiten austreten läßt, welche Erstarrung bewirken. Die gelöste Zellulose wird hierbei unter erhöhtem Druck durch die feinen Öffnungen in die Ausfallflüssigkeit gedrückt. Als Fällungsflüssigkeit benutzt man in den meisten Fällen eine hochprozentige Schwefelsäure. Der Verwendung konzentrierter Säuren, wie sie nach dem alten Verfahren notwendig sind, haften wesentliche Nachteile an; auch ist die Festigkeit der so erzielten Fäden nicht groß. Dies rührt unter anderem daher, daß bei der notwendigen späteren Entfernung der Säuren aus den fertigen Fäden gewisse Lücken in den Fäden bleiben, welche die oben erwähnte Verringerung der Festigkeit herbeiführen. Es ergibt sich hieraus ohne weiteres, daß es bei der Fabrikation künstlicher glänzender Fäden aus Zellulose einen erheblichen Vorteil bedeuten würde, wenn es gelänge, die Anwendung der flüssigen Säuren zu vermeiden.

Nach vorliegender Erfindung gelingt dies nun tatsächlich, und zwar wurde gefunden, daß die Erstarrung der Kupferoxydammoniakzelluloselösung beim Austritt aus feinen Düsen erfolgt, wenn der austretende Faden von sauren oder erwärmten Gasen oder Dämpfen umspült wird. Voraussetzung für diese Erstarrung ist allerdings, daß der Kupferoxydammoniakzelluloselösung vor ihrer Verarbeitung zu Fäden der größte Teil des Ammoniaks entzogen wird. Eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung, welche nach den bekannten Verfahren hergestellt ist, kann für den vorliegenden Zweck nicht verwendet werden, selbst wenn man Kupferoxydammoniak von ganz schwachem Ammoniakgehalt zum Auflösen der Zellulose verwenden würde. Eine Kupferoxydammoniaklösung, welche etwa 7% Zellulose gelöst enthält, wird filtriert und dann der Wirkung eines starken Vakuums ausgesetzt, wobei es vorteilhaft

ist, die Masse zu rühren oder zu kneten. Nachdem der Ammoniakgehalt der Lösung so weit gesunken ist, daß eine entnommene Probe in angesäuerter Luft schnell erstarrt, wird die Lösung nochmals filtriert und dann durch feine Öffnungen einer entsprechenden Düse in eine saure Gas- oder Dampfatmosfera, z. B. erwärmte Salzsäuredämpfe, ausgepreßt. Den Gasen gibt man zweckmäßig dieselbe Bewegungsrichtung wie den Fäden; die letzteren können beim Austritt aus den Düsen auch noch feiner ausgezogen werden. Der gewonnene Faden kann direkt auf der Spule oder nachdem er umgespult ist, von den anhaftenden Kupfersalzen befreit, gewaschen und getrocknet werden, wobei die Fäden einer großen Spannung unterworfen werden müssen. Die Entfernung der Salze aus den Fäden erfolgt hierbei getrennt vom Spinnen, und zwar genügt zu diesem Zwecke ganz verdünnte Säure, während bei den bisherigen Verfahren bekanntlich zur Aufstellung der Zellulose und Entfernung der Salze aus den Zellulosefäden konzentrierte Säure dienen mußte. Die so hergestellten Fäden weisen eine erhöhte Festigkeit auf, wozu auch die geringe Alkalität der Lösung beiträgt; ein weiterer Vorteil besteht darin, daß nach vorliegendem Verfahren eine bedeutende Ersparnis an Ammoniak erzielt wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden, darin bestehend, daß man eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung von möglichst niedrigem Ammoniakgehalt, wie sie z. B. durch Kneten der Masse im Vakuum erhalten wird, durch feine Öffnungen in eine saure oder erwärmte Gas- oder Dampfatmosfera austreten läßt.

218. Société générale de la soie artificielle Linkmeyer, société anonyme, Brüssel. Verfahren zur Herstellung künstlicher glänzender Fäden.

D.R.P. 185 139 Kl. 29 b vom 4. IX. 1904 (gelöscht), Zus. z. P. 175 296.

Nach dem Verfahren des Hauptpatentes (s. vorstehend) soll eine Fadenbildung bei der Herstellung künstlicher Fäden dadurch erreicht werden, daß der gespritzte Faden von einer sauren oder erwärmten Gasatmosfera umspült wird. Der Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine Ausführungsform dieses Verfahrens und besteht darin, daß die Fadenbildung in einer Gasatmosfera erfolgt, welche von einem Erstarrungsmittel in sehr feiner Verteilung nebelartig durchsetzt ist. Die Erstarrung des Fadens erfolgt z. B. nach vorliegendem Verfahren durch Luft, die mit einem auf mechanischem Wege sehr fein zerstäubten flüssigen Fällmittel angereichert ist, so daß ein nebelartiges Gemenge von Gasen und flüssigen Fällmitteln entsteht. Als Gas kann auch ein solches gewählt werden, das ebenfalls die Erstarrung der Fäden bewirkt, so daß beide Körper an der Erstarrung der Fäden teilnehmen. Durch das vorliegende Verfahren erreicht man eine schnellere Erstarrung der Fäden. Auch können auf diese Weise Fällungsmittel zur Anwendung gelangen, deren Gebrauch in Hauptverfahren ausgeschlossen ist. Ferner wird ein äußerst sparsamer Verbrauch derartiger Mittel durch vorliegendes Verfahren erreicht. Als zur Zerstäubung geeignete Fällmittel

können die durch die Literatur bekannten dienen, unter anderen Essig-, Salz- und Schwefelsäure, Alkalien, wie Natron- und Kalilauge usw.

Beispiel. Eine hochprozentige Zelluloselösung mit verhältnismäßig niedrigem Ammoniakgehalt wird durch mehr oder weniger feine Öffnungen in einen geschlossenen Raum, z. B. in einen Glaszylinder, hineingepreßt. Der Glaszylinder wird oben durch das Preßmundstück, unten durch eine Flüssigkeit, in die er eintaucht, geschlossen. Die zur Anwendung kommenden gasförmigen Fällmittel gelangen unmittelbar zu den Spinnöffnungen, z. B. nach Art der in der Patentschrift 168830¹⁾ beschriebenen Düse. Die Fadenspritzöffnungen können größer sein als der zu erzielende Faden selbst. Nachdem die Fäden aus der Spinnöffnung ausgetreten sind, senken sie sich in dem Glaszylinder nach unten, wobei sie durch die in derselben Richtung streichenden Gase unterstützt werden. Sobald die Fäden so lang sind, daß man sie an der unteren Öffnung des Glaszylinders ergreifen kann, legt man sie auf eine sich drehende Spule, von der sie dann aufgewickelt werden. Die Fäden werden den angewendeten Fällmitteln entsprechend weiter behandelt.

Patentanspruch: Ausführungsform des Verfahrens nach Patent 175 296, dadurch gekennzeichnet, daß die Fadenbildung in einer Gasatmosphäre erfolgt, welche mit einem nebelartig zerstäubten, die Zellulose ausfallenden Körper durchsetzt ist.

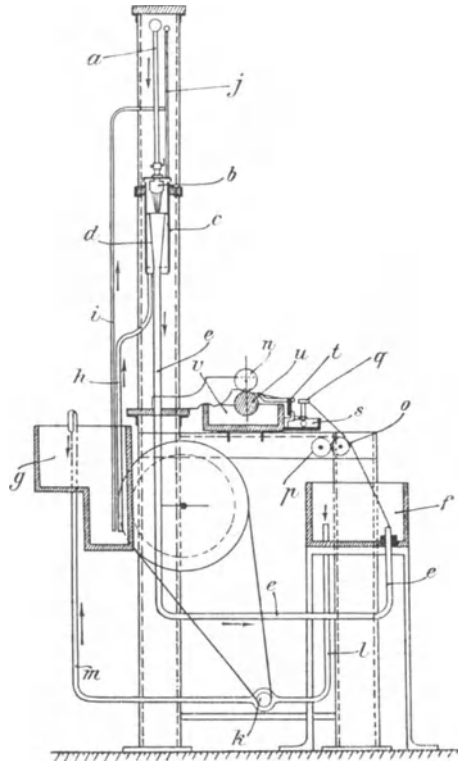


Fig. 145.

219. Société générale de la soie artificielle Linkmeyer, Buysinghen (Belgien). Verbesserung an Apparaten zur Herstellung von Kunstseidefäden.

Brit. P. 14 655¹⁹⁰⁷; belg. P. 200 970.

Das Patent betrifft eine Einrichtung zur Ausführung des Streckspinnverfahrens. Die zu verspinnende Zelluloselösung wird durch das Rohr *a* (Fig. 145) zugeführt und gelangt durch die Brause *b* in den ge-

¹⁾ Siehe S. 763.

schlossenen Zylinder *c*. In ihm ist der Trichter *d* angeordnet, der sich in das Rohr *e* fortsetzt. *e* mündet in den Behälter *f*. Die langsam wirkende Fällflüssigkeit ist in dem Behälter *g* enthalten, sie wird durch die Rohre *h* und *i* sowie durch das mit einer Saugvorrichtung verbundene Rohr *j* unter Siphonwirkung gesetzt und gelangt in den Zylinder *c*, von wo sie durch *e* nach *f* fließt. Von da wird das Fällmittel durch die Pumpe *k* und die Röhren *l* und *m* wieder nach *g* geleitet. Rohr *l* mündet in *f* höher als *e*, und die Förderung der Pumpe soll gleich der des Siphons sein. Die Fällflüssigkeit läuft dauernd und so schnell um, wie es gewünscht wird. Da der Durchmesser des Trichters *d* nur wenig größer ist als der des Rohres *e*, so wird die Strömungsgeschwindigkeit nicht merklich da herabgesetzt, wo die Zellulosefäden in die Fällflüssigkeit eintreten. Die gefällten Fäden gehen durch Rohr *e* und gelangen aus dem Behälter *f* zunächst über die Führungswalze *o*, die eine geriefte oder gerauhte Oberfläche hat und durch Reibung von der Walze *p* bewegt wird. *p* hat einen Überzug von Gummi, der *o* trocken hält, so daß die Fäden nicht ankleben. Sie gelangen dann durch das Rohr *q*, wo sie mit konzentrierter Säure nachbehandelt werden, die durch Kapillaritätswirkung aus *s* aufsteigt. Hier wird die Koagulierung vollendet. Der Faden wird dann über einen hin- und hergehenden Führer *t* auf die Walze *n* aufgewickelt, die durch Reibung von der Walze *u* aus bewegt wird. Durch *u* wird aus dem Troge *v* verdünnte Säure auf den aufgewickelten Faden gebracht und dadurch eine Waschung erzielt.

Nach Linkmeyer und Pollak.

220. R. Linkmeyer und M. Pollak, Brüssel (Belgien). Verfahren zur Herstellung von künstlichen, der Naturseide ähnlichen Textilfäden aus Zelluloselösungen.

Schweiz. P. 40 164.

Das Verfahren beruht auf der Beobachtung, daß sich wässrige Zelluloselösungen unter gewissen Bedingungen während des Überganges in den starren Zustand in einer die Koagulation verursachenden Flüssigkeit zu einem äußerst feinen Faden ausziehen lassen und auf diese Weise ein künstlicher seidenähnlicher Faden entsteht, welcher hinsichtlich Feinheit und Weichheit die natürlichen Seidenkokonfäden übertrifft. Nach dem vorliegenden Verfahren läßt man die Zelluloselösung aus Öffnungen, welche im Verhältnis zur schließlichen Fadenstärke weit sind, in ein Fällbad eintreten, welches nur langsam härtend wirkt, zieht in diesem Bad den flüssigen Zellulosestrahl zu feinen Fäden aus und koaguliert dann unmittelbar darauf die ausgezogenen Fädchen in einem zweiten, energisch härtenden Bad vollständig. Insbesondere eignen sich für dieses neue Verfahren die Kupferoxydammoniaklösungen der Zellulose mit möglichst hohem Gehalt an Zellulose und nach Möglichkeit niederem Gehalt an Ammoniak. Um einen möglichst festen und glänzenden Faden zu erzielen, wendet man zweckmäßig für das langsam härtende Bad Lösungen an, welche mit dem Ammoniak keine Salzverbindung eingehen können, z. B. Lösungen von Salzen oder Alkalien, doch kann man auch andere Fällmittel benutzen, z. B. verdünnte Säuren (in diesem

Fall erhält man einen weniger festen Faden), überhaupt alle als Fällmittel bekannten Stoffe. Als energisch härtendes Bad benutzt man zweckmäßig Säuren oder konzentrierte ätzalkalische Laugen. Im letzteren Falle entsteht ein Faden von besonders hoher Festigkeit und Elastizität sowohl im trockenen als auch im feuchten Zustande. Die Zelluloselösung läßt man zweckmäßig unter Anordnung von Druck aus den Öffnungen in das langsam härtende Bad treten; wird dafür Sorge getragen, daß der Druck bei allen Öffnungen immer der gleiche ist, so erfolgt der Austritt der Zelluloselösung und das Ausziehen der Fäden außerordentlich gleichmäßig. Sobald das Verhältnis zwischen Abzugsgeschwindigkeit der fertigen Fäden und Austritt der Zelluloselösung geregelt ist, treten Fadenbrüche überhaupt nicht mehr ein. Die Abzugsgeschwindigkeit der Fäden kann noch dadurch erhöht werden, daß den Fällbädern eine fließende Bewegung in der Richtung der Fadenbewegung gegeben wird.

Nach Friedrich.

221. Ph. Friedrich, Halensee. Verfahren zur Herstellung feiner künstlicher Fäden.

Brit. P. 28 256¹⁹⁰⁹; franz. P. 409 789; österr. P. 47 777; schweiz. P. 50 501; Ver. St. Amer. P. 1 022 097 (C. R. Linkmeyer).

Bei der Herstellung feiner künstlicher Fäden durch Koagulieren einer Spinnlösung, die in ein Fällbad austritt, hat man bisher entweder ein einziges, stark wirkendes Fällbad angewendet, in welchem der austretende Faden sofort gebildet und gehärtet wird (direktes Verfahren), oder man hat zwei verschieden starke Fällflüssigkeiten angewendet: zunächst ein weniger konzentriertes und nur langsam wirkendes Bad, in welchem der Faden nur teilweise koaguliert wird, noch streckbar bleibt und feiner ausgezogen werden kann, und dann ein hochkonzentriertes, in welchem der Faden vollkommen gehärtet wird. Beide Verfahren haben Nachteile. Bei dem direkten Verfahren müssen sehr feine Spinnöffnungen verwendet werden von ungefähr der Dicke der zu bildenden Fäden. Diese feinen Öffnungen geben zu Betriebsstörungen Anlaß. Bei dem anderen Verfahren können allerdings die Spinnöffnungen größer sein, doch ist es hier schwierig, den halberstarrten Faden in das zweite Fällbad zu bringen. Nach vorliegendem Verfahren wird nun in einem einzigen Bade das Ausziehen der Fäden und das Koagulieren vorgenommen. Wesentlich ist, daß Spinnlösungen von hoher Viskosität angewendet werden, wie z. B. sie nach den franz. P. 400 321, 10 723 und 404 372¹⁾ erhältlich sind. Eine Anzahl Glasröhren, denen die Spinnlösung aus einem Behälter zugeführt wird, und deren Durchmesser an ihrem unteren Ende etwa 0,35—0,4 mm beträgt, tauchen in eine an einem Ende trichterartig erweiterte, geneigte Rinne von etwa 40 cm Länge, die in eine fast horizontal liegende Rinne von 1 m Länge übergeht. In der trichterförmigen Erweiterung befindet sich eine genügende Menge Fällflüssigkeit. Der aus den Spinnöffnungen austretende Strahl der Spinnflüssigkeit

¹⁾ Siehe S. 284, 285 und 281.

wird durch das Fließen der Fällflüssigkeit und den Zug einer Abzugswalze am Ende der Rinne zu einem feinen Faden ausgezogen, und wenn die gewünschte Feinheit erreicht ist, ist der Faden sogleich ganz fest. Auf diese Weise läßt sich aus Viskoselösungen und aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen in einer Minute ein Faden von 35 m Länge spinnen.

Eine Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens ist in der amer. Patentschrift dargestellt.

Nach Mertz.

222. E. Mertz, Basel. Einrichtung zur Herstellung künstlicher Seide aus Zellulose.

Schweiz. P. 35 642.

Eine Aufzählung sämtlicher bei der Herstellung von Seide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung notwendiger Einzelvorrichtungen, von dem Öffner für die Baumwollballen an bis zur Presse, die die fertigen Stränge zum Versenden fertig macht. Die Baumwolle wird gebleicht und merzerisiert und in ammoniakalischem Kupferoxydhydrat aufgelöst, das mittels elektrolytischen Kupfers, Kupfersulfats, Ätznatrons, Olivenöls und Glycerins hergestellt ist. Man erhält ein sehr konzentriertes Lösungsmittel und eine stark glänzende Seide. Nach dem Spinnen wird mit verdünnter Schwefelsäure, Seifenwasser und reinem Wasser gewaschen und getrocknet, und dann werden die Spulen in einer feuchten Kammer auf 90 Hygrometergrade mit Feuchtigkeit gesättigt, was das Abspulen erleichtert. (1 Zeichnung.)

Nach Kracht.

223. A. W. Kracht. Herstellung künstlicher Fäden aus mit Kupfersalzen verbundener Zellulose.

Franz. P. 355 064.

Eine 5–10%ige Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak, die wenig Ammoniak enthält, läßt man aus weiten Öffnungen in ein konzentriertes Natriumkarbonatbad austreten. Die gebildeten Fäden werden zu der gewünschten Feinheit ausgezogen und in ein zweites Bad von etwa 35%iger Natron- oder Kalilauge gebracht. Hier wird das Ammoniak durch Kali oder Natron ersetzt, ohne daß die Kupferzelluloseverbindung zersetzt wird. In diesem zweiten Bade erhalten die Fäden eine große Widerstandsfähigkeit und können dann in verschiedener Weise weiter behandelt und verarbeitet werden. Sie können z. B. in sauren und neutralen Bädern gewaschen und darauf getrocknet werden.

Nach Bernstein.

224. H. Bernstein, Philadelphia. Herstellung künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 798 868.

Ungefähr 1 Unze gefälltes Kupferhydroxyd, 2 Pfund Ammoniakflüssigkeit, 2 Unzen trockene Zellulose und etwa 10% der Flüssigkeit, die beim Abkochen von Rohseide erhalten wird, werden kalt gemischt

und langsam erhitzt. Nach etwa 3 Stunden ist eine vollkommen klare Lösung entstanden, die durch enge Öffnungen in etwa 80%ige Essigsäure gepreßt wird. Die Fäden werden auf Spulen aufgewickelt, der Luft ausgesetzt und dann in einer gelatinösen Mischung, die im wesentlichen aus rizinusölsulfosaurem Natron besteht, gewaschen. Zur Herstellung des rizinusölsulfosauren Natrons werden 5 Teile Rizinusöl mit 1 Teil Schwefelsäure behandelt und dann mit 1 Teil Natronhydrat neutralisiert oder verseift. Die Fäden werden schließlich gezwirnt, abgeteilt usw. Die Seide soll sehr gleichmäßig glänzend, fest und unempfindlich gegen Wasser sein, sich auch leicht färben lassen.

Vgl. hierzu die Herstellung von Kunstseide aus Eiweißstoffen S. 638, 646, 650 u. ff.

Nach Dreaper.

225. W. P. Dreaper, Beckenham. Verbesserungen in der Herstellung künstlicher Seide und ähnlicher Fäden.

Brit. P. 27 222¹⁹⁰⁵; franz. P. 373 088.

Lösungen von Zellulose oder Hydrozellulose in einer ammoniakalischen Lösung von Kupferkarbonat, die auch noch andere Stoffe, z. B. Seidenabfälle, enthalten können, werden durch feine Öffnungen in Fällbäder aus Salzen, sauren Salzen oder Alkohol gebracht. Die Fäden werden aufgewickelt, vom Fällungsmittel durch Waschen befreit und unter Spannung oder sonstwie getrocknet. Man kann die Fäden auch in die Luft austreten lassen und dann durch ihre Schwere in die Fällflüssigkeit bringen. Der als Fällmittel verwendete Alkohol ist 70%ig.

Nach Berenguer.

226. E. Berenguer, Lissabon. Verbesserungen in der Herstellung konzentrierter Zelluloselösungen und von Fäden daraus.

Brit. P. 10 545¹⁹⁰⁷.

Zellulose wird sofort nach ihrer Gewinnung in Wasser gebracht und vor dem Austrocknen geschützt. Sie soll auf diese Weise leichter löslich bleiben. Die Zellulose wird dann in Ammoniaklösung gebracht und Kupferkarbonat im Überschuß eingetragen. Die gebildete Kupferhydratlösung wirkt im Entstehungszustande sehr energisch, und man erhält konzentrierte Zelluloselösungen. Als Fällbad dient ein Gemisch aus 8 kg Alkohol, 2 kg Schwefeläther, 500 g Salpetersäure und 8 l Wasser.

Nach Foltzer.

227. J. Foltzer, Tagolsheim, Oberels. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden aus Zellulose.

D.R.P. 209 923 Kl. 29a vom 25. VIII. 1908 (gelöscht).

Zur Herstellung künstlicher Fäden aus Kupferoxydammoniakzellulose werden im allgemeinen die in die Fällflüssigkeit gepreßten Zellulosefäden auf Walzen aufgewickelt oder spiralförmig in Behälter gelegt, längere Zeit gewaschen, mit Schwefelsäure oder Essigsäure entkuppert, dann getrocknet und aufgehaspelt. Nach einem neueren Ver-

fahren¹⁾ werden auch, um auf kontinuierliche Weise einen fertigen entkupferten und trockenen Faden herstellen zu können, die aus der Fällflüssigkeit austretenden Zellulosefäden auf endlosen Tüchern mitgenommen und in der in der Textilindustrie bekannten Weise auf erwärmten Walzen oder Trommeln getrocknet. Die auf diesen endlosen Bändern aufsteigenden Fäden werden im Gegenstrom durch entsprechende Bäder entkupfert und gewaschen. Diese Verfahren haben den Nachteil, daß beim Abzug der vollgesponnenen Walzen viel Arbeit, Fadenbruch und Zeitverlust entsteht. So haben auch die sehr langen Maschinen, die mit endlosen Bändern arbeiten, den Nachteil, daß man bei Bruch des Fadens nicht zurechtkommen kann, oder aber es werden die abgerissenen aufwärts steigenden Fäden von den hinunterlaufenden Bändern mitgenommen und um die Bänder der Walzen herumgewickelt. Desgleichen ergeben sich mit dem endlosen Tuch, das für Säure- und

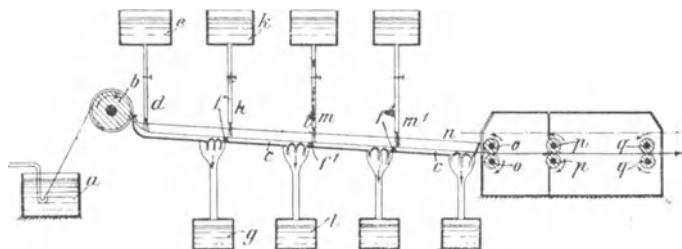


Fig. 146.

Natronbäder nicht widerstandsfähig genug hergestellt werden kann, viele Schwierigkeiten, auch wird die auf heißen Trommeln und Walzen getrocknete Kunstseide durch ihr Aufliegen und durch die zum Erzeugen des Glanzes nötige große Spannung der Fäden plattgedrückt, wodurch in den Litzen und Geweben die nachteiligen Flimmerpunkte und schwachen Stellen entstehen.

Diese Nachteile lassen sich vermeiden, wenn man die Anordnung so trifft, daß die aus dem Spinnbad tretenden Fäden durch Rinnen hindurchgeleitet werden, über denen in geeigneten Abständen hintereinander mehrere Tropfröhren angeordnet sind, die die verschiedenen zur Weiterbehandlung des Fadens nötigen Flüssigkeiten zuführen. Man bedient sich zu diesem Zweck der in Fig. 146 und 147 in seitlicher und oberer Ansicht dargestellten Vorrichtung in folgender Weise: Der aus dem Fällbad *a* tretende und von der Walze *b* mitgenommene Faden wird durch eine oder mehrere Tropfrinnen *c c* geführt. Diese Tropfrinnen sind so angeordnet, daß der im Punkt *d* von der Walze in die Rinne abgegebene Faden einem ihm in kleinem Strahl zufließenden Fällbad des Behälters *e* ausgesetzt ist, das den Faden in der Rinne bis zum Punkt *f* mitnimmt und ausfällt. Durch kleine Tropflöcher bei *f* läuft das Bad des Behälters *e* aus der Rinne in das Gefäß *g* und kann von da unter Umständen in den Behälter *e* zurückgeführt werden. Ebenso

1) Siehe S. 190.

wird von h bis i der Faden von einem zweiten Bad (z. B. einem Auswasch- oder einem Entkupferungsbad) mitgenommen, das vom Behälter k durch diesen Teil der Rinne bei f^1 in das Gefäß l fließt. Dasselbe wiederholt sich zwischen den Punkten mm^1 und m^1n . Durch diese Anordnung kann der Faden auf einer Vorrichtung mit vier oder mehr verschiedenen Bädern behandelt werden, ohne daß diese Bäder miteinander in Berührung kommen. Zudem wird der Faden auf diese Art fast ohne Reibung von der Walze b den Abzugszylindern $o o$ zugeführt. Zwischen den Punkten $f h$, f^1m und f^2m^1 können in der Rinne kleine Erhöhungen oder Vertiefungen angebracht werden, über welche der Faden hinweggleitet, und die ein Zusammenfließen der verschiedenen Bäder verhüten sollen. Statt Tropfrinnen könnten auch Tropfröhren aus Glas, die mit diesen Anordnungen versehen sind, in Anwendung kommen. Weiter gehen die Fäden zwischen den Abzugszylindern $o o$, $p p$ und $q q$

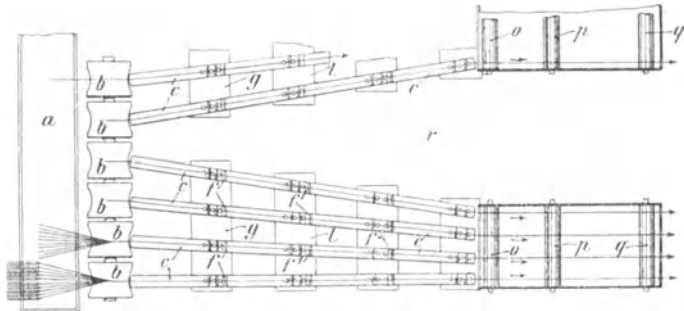


Fig. 147.

gestreckt hindurch, und da diese Zylinder in einen Trockenkanal eingebaut sind, wird die Kunstseide bei $q q$ fertig und trocken abgezogen. Das Trocknen geht so vor sich, daß der Faden zwischen $o o$ und $p p$ angetrocknet, zwischen $p p$ und $q q$ fertig getrocknet wird. Würde der Faden zwischen o und q ohne Zwischenzylinder $p p$ getrocknet werden, so könnte ein Zerreißen kaum verhütet werden, da beim Fertigrocknen ein hoher Zug entsteht und der trockene Faden von q vom nassen, weichen Produkt im Punkt o weggerissen würde. Zwischen $o o$ und $q q$ kann der Faden zum Trocknen auch über eine Haspel geführt werden. Durch Durchgänge wird jeder Teil der Vorrichtung dem Arbeiter zugänglich. Die Mitnehmerwalze b kann auch in bekannter Weise im Fällbad a angebracht werden, so daß die Fäden, unter Umständen auch die abgerissenen, von ihr mitgeführt werden und so ein Ansetzen wegfällt. Die im Spinnbad zusammenfallenden Fädchen, die einen Seidenfaden bilden, können durch Berieseln der im Bad selbst angebrachten Walze b auf den gewünschten Durchmesser geschwemmt, vereinigt und nachher weiterbehandelt werden.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden aus Zellulose, gekennzeichnet durch schräge, den aus dem Spinnbad austretenden Fäden leitende Rinnen, über denen in Abständen

hintereinander mehrere Tropfröhren angeordnet sind, die verschiedene Flüssigkeiten (z. B. Fäll-, Entkupferungs- und Auswaschbäder) zuführen.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß unmittelbar vor dem Ausfluß der auf die erste folgenden Tropfröhren am Boden der Rinnen Erhöhungen (f f^1 f^2) und vor diesen Siebböden angeordnet sind, durch die hindurch die von der vorhergehenden Tropfröhre kommende, von den Erhöhungen (f f^1 f^2) aufgehaltene Flüssigkeit aus der Rinne abläuft.

Nach Follet und Ditzler.

228. P. Follet und G. Ditzler, Verviers, Belg. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von künstlichen Seidenfäden aus Zellulose- oder anderen Textilstofflösungen.

D.R.P. 210 280 Kl. 29a vom 14. VII. 1908 (gelöscht); österr. P. 43 640; franz. P. 395 223; brit. P. 21 285¹⁹⁰⁸; schweiz. P. 44 075.

Bei der Herstellung künstlicher Seide aus einer Auflösung von Zellulose in einer ammoniakalischen Kupferoxydlösung ist es Gebrauch, die gebildeten Fäden bei ihrem Austritt aus den Spinddüsen einem gewissen Ausstrecken zu unterwerfen, was dadurch möglich gemacht ist, daß das Gerinnen des Fadens gerade erst im Augenblicke des Aufrollens auf eine in einem eine Fällflüssigkeit (z. B. ein Säurebad) enthaltenden Behälter sich drehende Spule geschieht. Dieses gebräuchliche Verfahren bietet den Übelstand, daß nur eine sehr geringe Ausstreckung des gebildeten Fadens geschehen kann und außerdem die getrennte Auswaschung des Fadens durch nachheriges Ausspülen auf besonderen Waschmaschinen stattfinden muß.

Die vorliegende Erfindung hat zum Gegenstande ein Verfahren zur Behandlung von Fäden aller Art, die durch Auflösen von Zellulose, Fibroin oder einem anderen ähnlichen Stoff in einer ammoniakalischen Oxyd- oder geeigneten Metallsalzlösung erhalten werden. Das Verfahren bietet gegenüber dem bekannten den wichtigen Vorteil dar, daß die Fäden, je nach der gewünschten Feinheit, aufeinanderfolgenden und abgestuften Ausstreckungen unterworfen werden, und daß außerdem durch Behandlung mit an Stärke abnehmenden Fällungsbädern ohne jede Nachbehandlung sofort ein Faden geschaffen wird, der im Augenblicke seines Aufrollens auf die Spule vollständig gewaschen und gereinigt ist. Die Ausführung dieses Verfahrens erfolgt auf einer Vorrichtung, bei der der Faden bei seinem Austritt aus der Spinddüse nach teilweiser Gerinnung auf eine oder mehrere mit Gerinnungsbädern von teilweiser oder abschwächender Wirkung getränkte Walzen gelangt, wobei durch genannte Walzen ein gewisser Druck auf den Faden ausgeübt wird, dergestalt, daß aus ihm die Abscheidung der noch nicht geronnenen Masse hervorgerufen wird. Die Walzen drehen sich mit verschiedener Umfangsgeschwindigkeit, um gleichzeitig das Ausstrecken des noch nicht ganz geronnenen Fadens zu bewirken. Unter diesen Bedingungen kann die Wirkung der Gerinnungsbäder die entgegengesetzte von der bis jetzt stattgehabten, d. h. schwächer werden, und zwar dergestalt, daß man den Vorgang beenden kann durch das Auf-

bringen des Fadens auf mit klarem Wasser benetzte Walzen, wodurch eine gründliche Reinigung oder Waschung des Fadens vor seinem endgültigen Aufrollen auf die Spule erfolgt. In Fig. 148 ist schematisch die Anordnung einer zur Ausführung des Verfahrens passenden Spinnvorrichtung veranschaulicht. *a* bezeichnet ein Gestell mit an einer Seite vorgesehenen Tragarmen *b*, auf denen Wellen *c* und auf diesen Walzen *d* befestigt sind, die in mit den verschiedenen zur Behandlung dienenden Flüssigkeiten angefüllten Becken umlaufen. Die Wellen *c* sowie die Walzen *d* sind nebst den Becken *e* derart auf den Tragarmen *b* befestigt, daß sie auf den letzteren verschiedene Stellungen einnehmen, d. h. vor- oder rückwärts bewegt werden können, wie punktiert auf der Zeichnung dargestellt. Die Walzen *d* und ihre Wellen *c* werden von Hand angetrieben, um die Drehgeschwindigkeiten wechseln zu können. Infolge Drehens in den Becken *e* und fortwährendes Eintauchens in die darin enthaltene Flüssigkeit bedecken sich diese Walzen mit einer dünnen Schicht davon. Unter der untersten Walze *d* befindet sich ein Behälter *f*, in welchem die Spindüsen *g* einmünden, in welche die Zelluloselösung auf bekannte Weise eingedrückt wird. Das Gefäß *f* enthält ein Gerinnungsbad von einheitlicher Wirkung mit z. B. einem

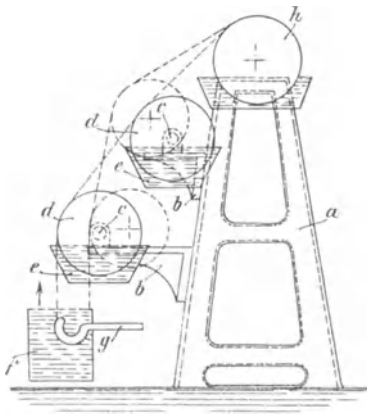


Fig. 148.

Gehalt an Säure von 15–20%. Die Becken *e* weisen ähnliche Bäder auf, deren Säuregehalt von dem untersten anfangend bis zum obersten abnimmt, so daß das letztere nur noch reines Wasser enthält, in welchem eine Spule umläuft, auf die sich der Faden aufwickelt. Dieser, welcher aus der Düse *g* austritt, erleidet eine erste Gerinnung in dem Bad des Gefäßes *f* und geht alsdann über die verschiedenen Walzen *d*, bevor er auf die Spule *h* läuft. Da der aus der Düse *g* austretende Faden sehr schnell das Bad des Gefäßes *f* durchschreitet, so gerinnt er nur auf der Außenseite, während sein Inneres flüssig bleibt und nicht gefällt wird. Hierauf gelangt der Faden auf die Walzen *d*, wo er einem je nach dem von den verschiedenen Walzen zueinander gebildeten Winkel wechselnden Zug ausgesetzt ist. Dieser letztere bringt einen Druck in dem Innern des Fadens hervor, was eine teilweise Auspressung des noch flüssigen Teiles zur Folge hat. Indem nun dieser flüssige Teil unter Druck mit der bereits geronnenen Außenseite in Berührung tritt, wird diese letztere etwas erweicht und so eine Ausstreckung des Fadens unter der Wirkung der verschiedenen Umdrehungsgeschwindigkeiten der Walzen *d* so lange herbeigeführt, als das Innere des Fadens noch etwas Flüssigkeit enthält. Die unter dem Druck zusammen mit dem ausgeübten Zug ausgepreßten Stoffe gerinnen beim Laufen über die Walzen *d*, und zwar

unter der Wirkung des Gerinnungsbades, welches durch die Umdrehung der Walzen auf die Oberfläche mitgerissen wird. In dem Maße, wie der Faden sich demzufolge der Spule h nähert, vollendet sich dessen Gerinnung oder Fällung in Gegenwart der Fällungsbäder, welche mehr und mehr schwächer werden. Beim Aufrollen auf die Spule h werden die Fäden in vollständig reinem Wasser gewaschen. Die vor dem Aufwickeln des Fadens auf die Auswaschwalzen oder auf die Spule h auf ihn ausgeübten Streckungen können nach Belieben wechseln und hängen von den verschiedenen Geschwindigkeiten der Walzen d , den ihnen gegebenen verschiedenen Lagen sowie der mehr oder weniger großen Konzentration der Fällbäder ab, in welche die Walzen d eintauchen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Seidenfäden aus Zellulose- oder anderen Textilstofflösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden nach dem Austritt aus den Spindüsen unter fortgesetzter Ausstreckung der Einwirkung einer Anzahl an Stärke immer mehr abnehmender Fällungsbäder ausgesetzt und an letzter Stelle mit reinem Wasser ausgewaschen werden.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch mehrere mit verschiedener Umfangsgeschwindigkeit sich drehende Walzen, welche in die die Fällflüssigkeiten enthaltenden Becken eintauchen und mit den zugehörigen Becken zueinander verstellbar angeordnet sind.

Nach J. P. Bemberg Akt.-Ges.

229. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Maschine zum Verspinnen viskoser Flüssigkeiten unter Anwendung bewegter Flüssigkeiten zur Förderung des Fadens.

D.R.P. 220 051 Kl. 29a vom 16. V. 1907; österr. P. 45 320; franz. P. 390 178; brit. P. 8711, 15 448 und 15 449¹⁹⁰⁸; Ver. St. Amer. P. 957 460; schweiz. P. 44 507 und 44 963.

Die praktische Durchführung des Vorschlages, die Kunstseidefäden zur Vermeidung des Reibungswiderstandes in der Fällflüssigkeit mittels eines kräftigen Flüssigkeitsstromes durch die Spinnvorrichtung zu treiben, scheiterte bisher an den hierbei häufig eintretenden Fadenbrüchen.

Mit der vorliegenden Erfindung soll dieses Hindernis im wesentlichen dadurch beseitigt werden, daß der Faden an der Austrittsstelle aus der Spinnbrause zunächst von einer nur langsam fließenden Flüssigkeitsschicht umgeben ist und erst, nachdem er durch den Erstarrungsvorgang genügende Festigkeit erlangt hat, von dem schnellen Flüssigkeitsstrom erfaßt und fortgeführt wird. Um hierbei heftige Wirbelbewegungen in unmittelbarer Nähe der Spinnbrause zu vermeiden, ist in dem die Fällflüssigkeit aufnehmenden Zylinder unterhalb der Spinnbrause ein abgedichteter Ring angeordnet, unterhalb dessen die Fällflüssigkeit bei ihrem Kreislauf wieder in den Zylinder eintritt und so von der Spinnbrause weg und in die Spinnrichtung abgelenkt wird, wobei durch Anwendung eines doppelten Abdichtungsringes zugleich der Abzug der in der Umlaufflüssigkeit enthaltenen Luftblasen ermöglicht werden kann. Auf diese Weise wird es möglich, den Spinnvorgang durch Anwendung

eines kräftigen Flüssigkeitsstromes erheblich zu beschleunigen. Dabei macht sich jedoch die Schwierigkeit geltend, daß der vom Flüssigkeitsstrom schnell vorwärtsgeführte Faden auch eine schnelle Umdrehung der Förderwalzen bedingt, welche, da sie in Flüssigkeit laufen müssen, infolge der starken Adhäsion der Flüssigkeit an der glatten Walzenoberfläche stets eine gewisse Flüssigkeitsschicht mit sich reißen, die bis zu den über die Förderwalzen laufenden zarten Fasern emporgeführt wird und zerstörend auf diese einwirkt. Dieser Übelstand wird nun bei vorliegender Erfindung dadurch behoben, daß man als Förderwalze ein Zahnrad benutzt, bei dem ein Mitführen der Flüssigkeit auf den Spitzen der Zähne nicht stattfindet, weil die Flüssigkeit leicht in die Zahnlücken abfließt, wo sie mit den Fasern nicht mehr in Berührung kommt, also unschädlich bleibt. Um hierbei die von der gezahnten oder gerippten Förderwalze erzeugten Wellen zu brechen, wird auch als Gegentrommel eine entsprechend gezahnte oder gerippte Walze verwendet. Um ferner zu vermeiden, daß der Faden an den Rippen oder Zähnen der Förderwalze bei zeitweiliger unrichtiger Zuführung beschädigt werden könnte, werden die Fäden vor und hinter dem Förderrad über Gleitplättchen geführt, die zugleich einem anderen Zweck nutzbar gemacht werden können. Bei der durch vorliegende Erfindung erzielten schnellen Fortbewegung des Fadens würde nämlich bei der erforderlichen Nachbehandlung des Fadens mit anderen Flüssigkeiten die Durchführung durch die übliche kurze Flüssigkeitsschicht nicht genügen. Wendet man aber eine zur ausreichenden Einwirkung der Flüssigkeit auf den Faden genügend lange Flüssigkeitsschicht an, so wird wiederum die Flüssigkeitsreibung so stark, daß dadurch der Hauptvorteil der vorliegenden Erfindung, der gerade in der Beseitigung des starken Reibungswiderstandes der Fällflüssigkeit besteht, größtenteils aufgehoben wird. Um diese Schwierigkeit zu beseitigen, wird die Nachbehandlung des Fadens mit Flüssigkeit nach dem Austritt aus der Fällflüssigkeit auf den Gleitplättchen durch Auftropfenlassen der betreffenden Fällflüssigkeit vorgenommen, wodurch eine energischere und schnellere Einwirkung der Flüssigkeit auf den Faden erzielt wird, da die frische Flüssigkeit stets unmittelbar auf den Faden gelangt und die verbrauchte Flüssigkeit sofort über die Gleitplatte abläuft, also sich nicht erst mit der frischen mischen kann.

Die Zeichnungen stellen eine beispielsweise Ausführungsform der Erfindung, und zwar Fig. 149 in senkrechtem Querschnitt, Fig. 150 bis 158 in Einzelheiten dar. Die Spinnflüssigkeit, z. B. konzentrierte Kupferoxydammoniakzelluloselösung, gelangt aus einem Sammelbehälter durch ein mit Hahn versehenes Zuflußrohr *a* (Fig. 149, 150 und 151) unter Druck in den Brausenkopf *b* und tritt durch die aus Blech gepreßte, infolge ihrer schwach konischen Wandung leicht auf den Brausenkopf aufschiebbar Spinnbrause *c* (Fig. 150 und 152) als Bündel mehr oder weniger feiner Fasern in den die Fällflüssigkeit, z. B. verdünnte Säure, enthaltenden gläsernen Fällzylinder *d*. Das Faserbündel sinkt sodann durch den im Boden des Fällzylinders sitzenden Glastrichter *e* in den Auffangbehälter *f* für die Fällflüssigkeit hinab, läuft über die

Führungsplättchen *g* aus Glas, Porzellan od. dgl., auf denen es noch mit weiteren Flüssigkeiten aus einem darüber angeordneten Tropfhahn behandelt werden kann, auf das gezahnte Förderrad *h* (Fig. 149, 156 und 157), wo das Faserbündel eine solche Geschwindigkeit erhält, daß das spätere Aufwickeln ohne jeden Zug geschehen kann. Um zu verhindern, daß der Faden am Förderrad sitzen bleibt oder sich Niederschläge bilden, läuft das Förderrad in einer geeigneten Flüssigkeit. Ein zweites kleines Gegenrädchen *i* bricht die von dem Förderrad *h* ge-

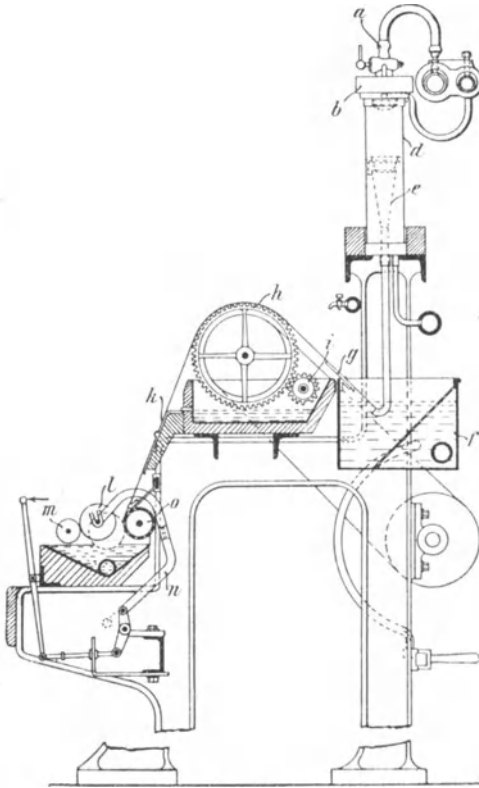


Fig. 149.

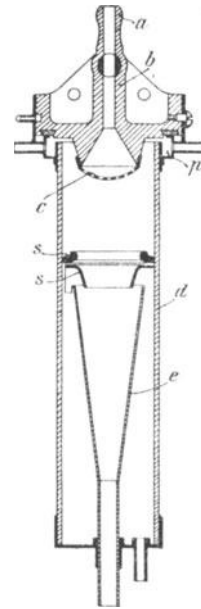


Fig. 150.

schlagenen Wellen und entfernt die sich zwischen den Zähnen des Förderrades ansammelnde Flüssigkeit sowie auch etwa mitgerissene Fasern. Hinter dem Förderrad kann der Faden nochmals über ein Führungsplättchen *k* zur weiteren Behandlung mit einer geeigneten Flüssigkeit aus dem Trog der Fördervorrichtung gleiten, um endlich auf eine Aufwickelvorrichtung *l, m, n, o* zu gelangen. Die frische Fällflüssigkeit, z. B. verdünnte Säure, fließt durch ein Zuflußrohr in den auf den Fällzylinder *a* aufgekitteten Hohlring *p* (Fig. 150), auf dem zugleich der Brausenkopf *b* mittels Bajonettverschlusses befestigt ist, tritt über den inneren Rand des Hohlringes in den Fällzylinder

und strömt durch den Glastrichter *e* in den Auffangbehälter *f*, von wo sie mittels Pumpe durch einen zwischengeschalteten Druckregler (Fig. 154 und 155), bestehend aus Steigrohr *q* und mittels Stopfbüchse od. dgl. neigbarem Überlaufrohr *r*, zum Fällzylinder *d* zurückgetrieben wird. Hier tritt jedoch die gebrauchte Fällflüssigkeit nicht wieder durch den (für den Zufluß frischer Fällflüssigkeit dienenden) Hohlring *p* ein, sondern durch ein am Boden mündendes Rohr, steigt in dem Zylinder *d* empork und tritt über den Rand des Glastrichters *e*. Die

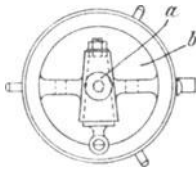


Fig. 151.



Fig. 152.

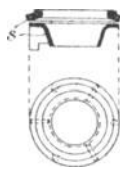


Fig. 153.

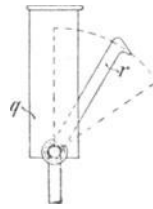


Fig. 154.

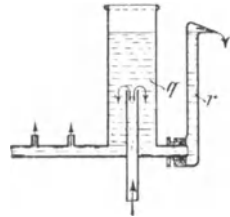


Fig. 155.

umlaufende Fällflüssigkeit erhält durch den Druckregler eine solche Geschwindigkeit, daß sie den Zug der später wirkenden Fördervorrichtung wirksam unterstützt. Da die aus der Spinnbrause austretenden empfindlichen Fasern zunächst nur mit der ruhig fließenden frischen Fällflüssigkeit in Berührung kommen und die starke Strömung der umlaufenden gebrauchten Fällflüssigkeit erst auf den Faden einwirkt, nachdem er auf dem

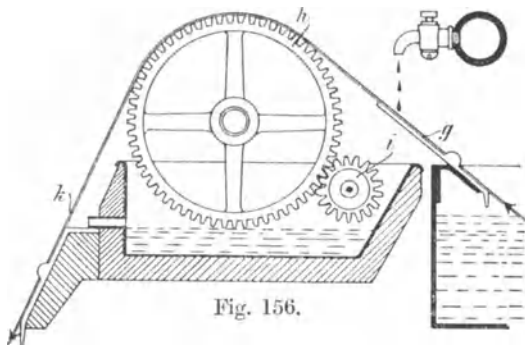


Fig. 156.

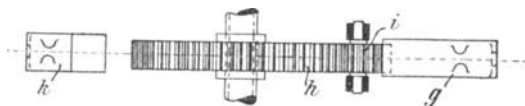


Fig. 157 u. 158.

Weg von der Spinnbrause zum Glastrichter in der frischen Fällflüssigkeit eine gewisse Festigkeit erlangt hat, so ist eine Beschädigung der Fasern durch die starke Flüssigkeitsreibung vermieden. Zugleich bietet diese Anordnung den Vorteil, daß man die frische Fällflüssigkeit sparsam zufließen lassen kann, ohne die Umlaufgeschwindigkeit der Fällflüssigkeit herabsetzen zu müssen. Um zu verhindern, daß in der frischen Fällflüssigkeit über dem Gleittrichter Wirbel entstehen oder ein starkes Mitreißen der frischen Fällflüssigkeit durch die umlaufende gebrauchte erfolgt, ist über dem Glastrichter noch ein mit Gummi abgedichteter Doppelring *s*, *s* angebracht, der den Strom der gebrauchten Fällflüssigkeit nach unten ablenkt, dagegen den etwa

darin enthaltenen Luftblasen den Abzug durch den Spalt zwischen unterem Ring und Fällzylinder gewährt. Die Spinnmaschine kann sowohl für das gewöhnliche Spinnverfahren mit sofortiger Erstarrung wie für das Thielesche Streckspinnverfahren¹⁾ dienen.

Patentansprüche: 1. Maschine zum Verspinnen viskoser Flüssigkeiten unter Anwendung bewegter Flüssigkeiten zur Förderung des Fadens, dadurch gekennzeichnet, daß der Faden an der Austrittsstelle aus der Spinnbrause zunächst von einer langsam fließenden Fällflüssigkeit umgeben ist und erst, nachdem er durch den Erstarrungsprozeß genügende Festigkeit erlangt hat, von dem schnellen Flüssigkeitsstrom erfaßt und fortgeführt wird.

2. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in dem die Fällflüssigkeit aufnehmenden Zylinder (*d*) unterhalb der Spinnbrause eine abgedichteter Ring (*s*) angeordnet ist, unterhalb dessen die Fällflüssigkeit bei ihrem Kreislauf wieder in den Zylinder eintritt.

3. Maschine nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein doppelter Abdichtungsring (*s, s*) angeordnet ist, der den Abzug der in der Umlaufflüssigkeit enthaltenen Luftblasen ermöglicht.

4. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Unterstützung der die Fäden fördernden Flüssigkeit Zahnräder (*h*) als Förderwalzen benutzt werden.

5. Maschine nach Anspruch 1 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß gegen die in eine Flüssigkeit eintauchenden gezahnten Förderwalzen (*h*) an der Stelle ihres Austritts aus der benetzenden Flüssigkeit entsprechend gezahnte Walzen (*i*) laufen.

6. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden über schräge Gleitplatten (*k, g*) geführt werden, auf die zwecks weiterer Behandlung Fällflüssigkeiten getropft werden können.

230. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Verfahren zum Spinnen viskoser Flüssigkeiten unter Anwendung bewegter Flüssigkeiten zur Förderung des Fadens.

D.R.P. 303 047 Kl. 29b vom 26. VIII. 1916; brit. P. 113 010 (E. Elsässer, Langerfeld); schweiz. P. 75 436 (ebenso); Ver. St. Amer. P. 1 414 076 (ebenso).

Die Patentschrift 220 051 (s. vorstehend) beschreibt eine Maschine, welche das Spinnen viskoser Flüssigkeiten unter Anwendung bewegter Flüssigkeiten zur Förderung des Fadens gestattet. Luftblasen in der zur Fällung der Kupferoxydammoniakzellulose dienenden Flüssigkeit sind außerordentlich störend bei der Fadenbildung. Solche Luftblasen entwickeln sich aber unausgesetzt aus der unter vermindertem Druck stehenden Fällflüssigkeit, da stets Luft darin enthalten ist. Diesen Störungen sucht die bekannte Vorrichtung durch einen besonderen doppelten Abdichtungsring abzuwehren, der den Abzug der in der Umlaufflüssigkeit enthaltenen Luftblasen ermöglicht. Der Zweck wird indessen nur unvollkommen erreicht, da sich eben stets neue Blasen bilden und in mannigfacher Weise die Kontinuität der Fädchen stören.

¹⁾ Siehe S. 191 u. f.

Es hat sich nun gezeigt, daß diese lästigen Störungen in einfachster Weise vermieden werden können, wenn man von vornherein eine Fällflüssigkeit verwendet, die keine gelösten Gase enthält, also auch keine Blasen entwickeln kann. Im Falle der Verwendung von reinem Wasser z. B. entzieht man ihm vor der Verwendung alle gelöste Luft durch Evakuieren, das man durch Erwärmen noch unterstützen kann. Bei Verwendung solcher Flüssigkeiten, die frei von gelösten Gasen sind, geht das Spinnen äußerst gleichmäßig und ohne jegliches Abreißen vor sich.

Patentanspruch: Verfahren zum Spinnen viskoser Flüssigkeiten unter Anwendung bewegter Flüssigkeiten zur Förderung des Fadens, darin bestehend, daß als Flüssigkeit eine solche verwendet wird, die frei ist von gelösten Gasen, u. U. eine solche, der durch Evakuieren, Erwärmen od. dgl. die darin gelöst gewesenen Gase vorher entzogen worden sind.

231. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Anordnung zum Absäuern der Fäden für Kunstseidespinnmaschinen.

D.R.P. 363 916 Kl. 29a vom 6. IX. 1921.

Die bekannten Vorrichtungen zum Absäuern der Fäden bestehen aus Zelluloidrinnen, welche entweder direkt auf ein ebenfalls aus Zellu-

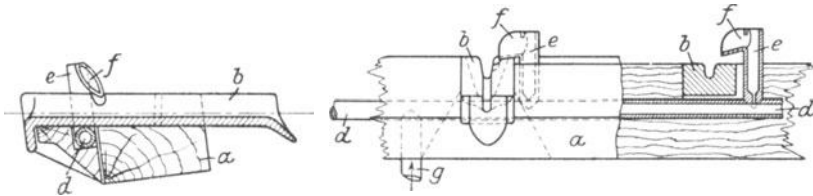


Fig. 159.

Fig. 160.

loid bestehendes Säureverteilungsrohr aufge kittet waren, wobei durch eine kleine Öffnung an der Kittstelle die Säure in die Rinnen austrat, oder aber Rinne und Verteilungsrohr waren durch ein kurzes, enges Zelluloidröhrchen verbunden. Diese Vorrichtung besitzt den großen Nachteil, daß eine größere Anzahl von Rinnen mit dem Verteilungsrohr fest verbunden ist. Infolge der Wasseraufnahmefähigkeit des Zelluloids entstehen nun Verziehungen, welche häufig zum Bruch der Kittstellen führen. Durch Abbrechen, Verziehen oder Rissigwerden der Rinnen werden diese nach kürzerer oder längerer Zeit unbrauchbar. Durch den Gegenstand der Erfindung sollen diese Fehler vermieden werden, teils weil das Material der Rinnen und Rohre nicht aus wasseraufnahmefähigen Stoffen besteht, teils weil die Rinnen und Rohre nicht zu einem einheitlichen Ganzen verbunden sind.

Fig. 159 zeigt einen Längsschnitt, Fig. 160 eine Ansicht und Fig. 161 den Grundriß einer Rinne nach der Erfindung. Auf dem Wagen *a* sind die Rinnen *b, b* aus Steinzeug, Glas od. dgl. in bestimmten Abständen voneinander in geneigter Lage eingelassen. Die Rinnen *b* besitzen seitlich kleine muldenartige Vertiefungen *c*, welche mit der

Rinne durch einen Kanal verbunden sind, und die zum Auffangen der zufließenden Säure dienen. Rechtwinklig zu den Rinnen *b* ist im Wagen *a* ein Bleirohr *d* eingelassen, welches Rohransätze *e* besitzt, die mit ihrer Auslaufrinne *f* über den muldenförmigen Vertiefungen *c* stehen. Durch den unteren Ansatz *g* des Rohres *d* wird Säure geleitet, die durch die Rohransätze *e* aufsteigt und durch die Auslaufrinnen *f* in die Rinnen *b* fließt.

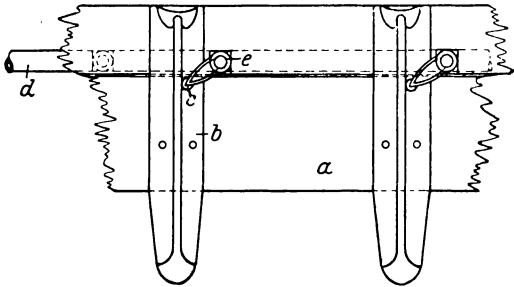


Fig. 161.

Patentanspruch: Anordnung zum Absäuern der Fäden für Kunstseidespinnmaschinen, darin bestehend, daß Rinnen aus nicht wasser-aufnahmefähigen Stoffen, z. B. Ton, Steinzeug, Glas oder Porzellan über dem Säureverteilungsrohr vorgesehen sind, aus welchem letz-

terem die Säure durch aufgelötete Stutzen mit Auslaufrinnen in im Körper der Rinne befindliche Vertiefungen und von da in die Rinnen abfließt.

232. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Rinne zum Absäuern von Kunstfäden.

D.R.P. 374 507 Kl. 29a vom 16. III. 1922.

Die bekannten Absäuerrinnen haben eine geneigte Form, bei der nur ein geringer Teil der Säure auf die Kunstfäden einwirken konnte und der weitaus größte Teil ungenutzt am unteren Ende abfloß. Durch den Gegenstand der Erfindung sollen diese Mängel beseitigt werden.

Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß die Rinne eine derartige Form hat, daß die Säure doppelt auf die Fäden einwirkt.

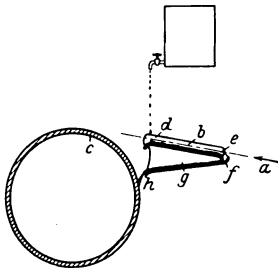


Fig. 162.

Der Faden *a* (Fig. 162) wird in Pfeilrichtung durch die obere Rinne *b* geführt und wird von einer Spule, Rolle, einem Haspel od. dgl. aufgenommen. Die dem Faden entgegenfließende, bei *d* zufließende Säure säuert dabei den Faden zum erstenmal ab. Die Säure fließt bei *e* in eine löffelartige Mulde *f* und wird durch die untere Rinne *g* dem nunmehr aufgewickelten Faden bei *h* zum zweitenmal

zugeführt. Dadurch wird eine bessere Absäuern sowie ein sparsamerer Verbrauch an Säure erzielt. Die Rinne besteht aus säurebeständigem Stoff wie Glas, Porzellan, Steingut usw.

Patentansprüche: 1. Rinne zum Absäuern von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß an eine obere Rinne (*b*) sich eine entgegen gesetzte geneigte Rücklaufrinne (*g*) anschließt, die die Säure erneut auf die Fäden führt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die obere Rinne durch eine löffelartige Mulde (*f*) mit der unteren Rinne in Verbindung steht.

233. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Apparat zur Herstellung von Fäden.

Brit. P. 209 376 vom 9. X. 1923; Ver. St. Amer. P. 1 561 445 (E. Elsässer u. W. zur Löwen, American Bemberg Corporation); schweiz. P. 106 970.

Die Rinne, durch die der Faden läuft, steigt auf $\frac{1}{3}$ ihrer Länge zunächst schwach an und fällt auf $\frac{2}{3}$ schwach ab. Die auf den Faden auflaufende, an der Knickung der Rinne zugeführte Flüssigkeit läuft nach zwei Richtungen, dem Faden entgegen und mit dem Faden. Dadurch wird ein Öffnen des Fadens und eine kräftige Einwirkung der Flüssigkeit erzielt, die auch noch auf den auf der Aufwickeltrommel befindlichen Faden zur Wirkung gelangt. (Zeichnungen.)

234. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Vorrichtung zur Reinigung von Spinnvorrichtungen für die Kunstfadenherstellung.

D.R.P. 408 889 Kl. 29a vom 2. X. 1923.

Beim Spinnen von Kunstseide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung scheiden sich in der Spinnvorrichtung, und zwar meist an dem Ausflußrohr des Spinntrichters, Kupferhydratniederschläge ab. Diese setzen dem durchgezogenen Fadenbündel einen Widerstand entgegen, der leicht zu Fadenbrüchen führt. Die Erfindung besteht nun in einer Vorrichtung zum Reinigen der Spinnvorrichtung von jenen Niederschlägen. Es ist bekannt, bei Maschinen zur Herstellung künstlicher textiltartiger Gebilde aus Zellulose einzelne Stellen der Maschine durch kontinuierlichen Zulauf einer chemisch wirksamen Reinigungsflüssigkeit zu säubern. Diese Arbeitsweise war möglich, weil bei den bekannten Vorrichtungen die zu reinigenden Stellen frei lagen und leicht zugänglich waren.

Bei Vorrichtungen zum Spinnen von Kunstseide aus Kupferoxydammoniakzellulose machen sich dagegen die Niederschläge innerhalb der Spinnvorrichtung an solchen Stellen bemerkbar, die von der Fällflüssigkeit bedeckt und daher unzugänglich sind. Man mußte deshalb den Spinnvorgang hier von Zeit zu Zeit unterbrechen, die Fällflüssigkeit ablassen, die Niederschläge ablösen und dann den Betrieb erneut aufnehmen. Dieser Übelstand wird erfindungsgemäß dadurch beseitigt, daß man in den Strom der Fällflüssigkeit an der Stelle der Niederschläge zeitweise eine Reinigungsflüssigkeit einleitet, die die Niederschläge im Spinnapparat ablöst. Eine geeignete Reinigungsflüssigkeit zum Ablösen des Kupferhydratniederschlages ist verdünnte Säure, z. B. Schwefelsäure von 10%. Diese Flüssigkeit tritt mit einem Druck ein, der denjenigen der Fällflüssigkeit in der Spinnvorrichtung etwas übersteigt.

Eine Spinnvorrichtung, die für das soeben beschriebene Reinigungsverfahren geeignet ist, kann in der Weise ausgebildet werden, daß durch eine besondere Zuleitung an geeigneter Stelle der Spinntrichter mit dem Gefäß für die Reinigungsflüssigkeit verbunden ist. Der nötige Überdruck der Reinigungsflüssigkeit kann durch Hochlage dieses Gefäßes

erzielt werden. Er kann auch in der Weise erzeugt werden, daß man das Gefäß nur zu der Zeit anhebt, während deren die Reinigungsflüssigkeit durchfließen soll. Hierdurch werden Hähne in der Zuleitung erspart, oder man kann endlich das Gefäß so tief anordnen, daß nur jeweils soviel Flüssigkeit entnommen werden kann, als in das Gefäß über ein gewisses Niveau eingegossen wird.

Auf der Zeichnung sind drei Ausführungsformen des Erfindungsgegenstandes dargestellt. *G* ist die ganze Spinnvorrichtung, *e* der

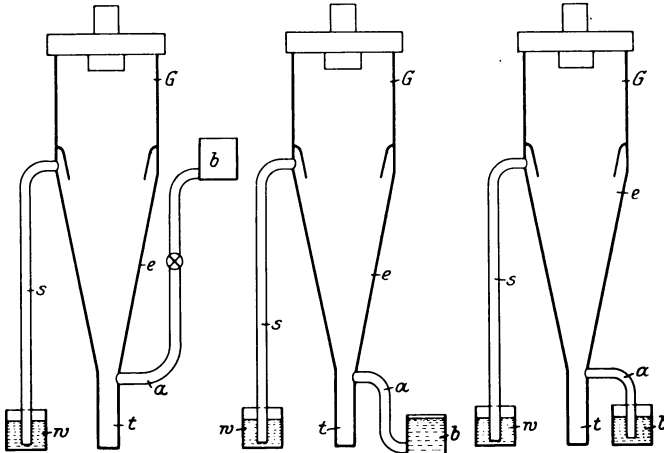


Fig. 163.

Fig. 164.

Fig. 165.

konische Trichter, *t* das Ausflußrohr des Trichters, *w* der Zufluß der Fällflüssigkeit, der mit den einzelnen Spinnvorrichtungen durch Saugrohre *S* verbunden ist. Die Fällflüssigkeit fließt durch das Ausflußrohr mit einer Geschwindigkeit, welche dem Druckunterschied zwischen der Ausflußöffnung von *t* und dem Flüssigkeitsniveau in dem Gefäß *w* entspricht. Oberhalb der Stelle der Kupferhydratniederschläge, d. i. in der Nähe der Verbindungsstelle des Trichters mit dem Ausflußrohr *t*, ist erfindungsgemäß ein seitliches Rohr *a* angebracht, das zu einem Gefäß *b* mit Reinigungsflüssigkeit, z. B. 10%ige Schwefelsäure, führt. Man kann für die Anwendung des Gefäßes *b* und seine Verbindung mit dem Spinntrichter *e* oder dessen Ausfluß *t* verschiedene Ausführungsarten wählen: 1. Die Säure befindet sich in einem Gefäß *b* (Fig. 163), welches etwa in der Höhe der Oberkante des Spinntrichters steht. Bei *h* befindet sich ein Hahn, welcher solange geöffnet wird, bis der Kupferniederschlag abgelöst ist.

2. Das Säuregefäß *b* (Fig. 164) hat seinen Stand so niedrig, daß sein Flüssigkeitsniveau mit dem in Gefäß *w* gleichsteht. In diesem Falle fließt keine Säure durch das Rohr *a*. Wird nun das Rohr *a* biegsam gemacht und das Gefäß *b* aber etwas gehoben, so daß das Niveau der darin enthaltenen Säure über dem in *w* steht, so fließt solange Säure durch *a* ab, wie die Niveaudifferenz anhält. Ist der Kupferniederschlag vorher abgelöst, so senkt man das Gefäß *b* wieder auf seinen alten Stand,

und der Säuredurchlauf hört auf. Ein Hahn zur Abstellung der Säure ist in diesem Falle überflüssig.

3. Man bringt ein Gefäß *b* (Fig. 165) fest so an, daß bei etwa halber Füllung mit Säure das Flüssigkeitsniveau mit dem im Gefäß *w* gleichsteht. Wird jetzt aus einem Vorratsbehälter weitere Säure in das Gefäß *b* gegossen, so fließt diese Säure sofort durch *a* ab, weil sich durch Zugießen neuer Säure das Niveau in *b* erhöht. Hört man mit dem Zugießen von Säure auf, so stellt sich das Niveau in *b* sofort wieder von selbst auf den Stand von *w* ein, und der Säurezufluß hört auf.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Reinigung von Spinnvorrichtungen für die Kunstfädenherstellung, dadurch gekennzeichnet, daß in den Strom der Fällflüssigkeit an der Stelle störender Niederschläge von Zeit zu Zeit eine Reinigungsflüssigkeit eingeleitet wird, die die Niederschläge im Spinnapparat ablöst.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß seitlich am Spinntrichter (*e*, *t*) eine Zuleitung (*a*) angebracht ist, die zu einem Gefäß (*b*) für eine Reinigungsflüssigkeit führt.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gefäß (*b*) oberhalb der Zuleitungsstelle zum Spinntrichter (*e*, *t*) angeordnet und in der Zuleitung (*a*) ein Hahn (*h*) vorgesehen ist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuleitung (*a*) biegsam und das Gefäß (*b*) heb- und senkbar angeordnet ist.

5. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Gefäß (*b*) in gleicher Höhe liegt wie die Zuleitung (*w*) der Fällflüssigkeit, so daß nur soviel Flüssigkeit durch das Rohr (*a*) in den Trichter eingeführt wird, als über ein bestimmtes Niveau in das Gefäß (*b*) eingegossen ist.

235. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Vorrichtung zum Reinigen von Spinnvorrichtungen für die Kunstfädenherstellung.

D.R.P. 413 791 Kl. 29a vom 8. XII. 1923, Zus. z. D.R.P. 408 889; brit. P. 227 006 vom 15. II. 1924.

Es hat sich gezeigt, daß es bei der im Hauptpatent (s. vorstehend) beschriebenen Anordnung einer größeren Menge von Reinigungsflüssigkeit bedarf, wenn auch die oberen Teile des Spinntrichters gereinigt werden sollen. Um nun mit weniger Reinigungsflüssigkeit auskommen zu können, läßt man diese nicht am unteren Ende des Spinntrichters einfließen, sondern oben am Rande des Trichters. Hierdurch wird nicht nur an Reinigungsflüssigkeit gespart, sondern auch die Reinigung selbst beschleunigt.

Auf der Zeichnung ist in Fig. 166 und 167 je eine Ausführungsform einer Vorrichtung nach der Erfindung schematisch dargestellt.

Fig. 166 zeigt einen Spinntrichter mit oberem zylindrischen Teil *F* und trichterförmigem Teil *e*. Die Fällflüssigkeit wird durch das Rohr *s* an der Stelle zugeleitet, wo der Zylinder in den Trichter übergeht. Die Reinigungsflüssigkeit strömt durch das Rohr *a* zu, das mit einem Absperrhahn *h* versehen ist. Das Rohr *a* ist seitlich in das Rohr *s* ein-

geführt. Es kann natürlich auch an anderer Stelle an den Trichter angeschlossen werden. Öffnet man den Hahn *h*, so strömt die Reinigungsflüssigkeit in guter Mischung mit der Fällflüssigkeit zu und bestreicht sicher und wirksam alle Teile des Trichters, an denen sich Niederschläge bilden können. Die in Fig. 167 dargestellte Spinnvorrichtung zeigt

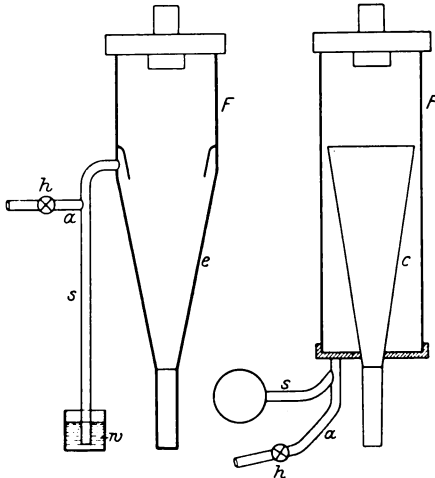


Fig. 166.

Fig. 167.

einen Trichter *C* in einem zylindrischen Mantel *F*. Die Fällflüssigkeit strömt durch ein Rohr *s* am Boden des zylindrischen Mantels ein, steigt in diesem auf und fällt in dem Trichter *C* nach unten. Auch hier wird die Reinigungsflüssigkeit durch ein Rohr *a* mit Hahn *h* so zugeführt, daß bereits die Mischung beider Flüssigkeiten vor Eintritt in die Spinnvorrichtung stattfindet. Auch hier ist ein anderer Anschluß möglich.

Im Falle der Reinigung des ganzen Trichters muß während der Zeit der Reinigung der Spinnvorgang unterbrochen werden, wodurch die Fäden abreißen. Dies dauert aber höchstens eine Minute

und kann ohne Schaden in den Kauf genommen werden.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Reinigen von Spinnvorrichtungen für die Kunstfadenherstellung nach Patent 408 889, dadurch gekennzeichnet, daß die Reinigungsflüssigkeit nicht, wie im Hauptpatent, von unten nach oben, sondern von oben nach unten durch den Spinntrichter fließt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuflußleitung (*a*) für die Reinigungsflüssigkeit über dem oberen Rande des Trichters ansetzt.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 mit einem Spinntrichter im zylindrischen Mantel, dadurch gekennzeichnet, daß die Reinigungsflüssigkeit durch ein Rohr (*a*) am Boden des zylindrischen Mantels zufließt.

4. Vorrichtung nach Anspruch 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuleitung (*a*) für die Reinigungsflüssigkeit in die Zuleitung (*s*) für die Fällflüssigkeit eingeführt ist.

236. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Verfahren und Vorrichtung zum Spinnen von Kunstseide nach dem Streckspinnverfahren.

D.R.P. 413 790 Kl. 29a vom 6. XI. 1923; brit. P. 224 503; schweiz. P. 112 581.

In der Patentschrift 220 051¹⁾ ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Spinnen von Kunstseide beschrieben, bei dem die Fäden nach dem

¹⁾ Siehe S. 210.

Austritt aus der Spinnbrause zunächst von einer langsam strömenden Fällflüssigkeit umgeben werden und erst, nachdem sie darin teilweise ausgezogen und auch teilweise erhärtet, also widerstandsfähiger geworden sind, von einem kräftigen Flüssigkeitsstrom erfaßt und fortgeführt werden. Es ist hierzu ein Apparat angegeben, der aus einem konischen Trichter besteht, der seinerseits wiederum in einem Zylinder steckt. In letzterem wird die Fällflüssigkeit von unten her eingeführt und steigt in ihm nach oben, fließt dann über den Rand des konischen Trichters in diesen und nimmt wieder eine abwärts gehende Bewegung an, um schließlich aus der unteren Öffnung des Trichters auszutreten. Da der konische Trichter nicht ganz bis in den Zylinder hineinreicht, sondern noch etwa 5–8 cm unter dessen oberem Rand endigt, so durchlaufen die Fäden erst eine längere Schicht sehr langsam bewegter Fällflüssigkeit, die dem vorsichtigen Ausziehen der Fäden dient.

Es ist nun gefunden worden, daß man auch spinnen kann, wenn man die Fällflüssigkeit im konischen Trichter in umgekehrter Richtung fließen läßt, also von unten nach oben. Es wird dieses dadurch erreicht, daß man am unteren Ende des Konus, wo er in das zylindrische Rohr r (Fig. 168) übergeht, oder kurz darunter ein seitliches Rohr ansetzt und durch dieses die Fällflüssigkeit einführt. Hierbei teilt sich der Flüssigkeitsstrom, so daß ein Teil nach oben durch den Konus in entgegengesetzter Richtung, ein anderer Teil aber durch das Rohr r nach unten, also in gleicher Richtung mit dem Faden strömt. Es sind schon Verfahren bekannt, bei welchen die Strömung der Fällflüssigkeit ebenfalls der Fadenrichtung entgegen gerichtet ist. Hierbei ist in den Spinnvorrichtungen aber nur eine Strömungsrichtung vorhanden, während bei dem vorliegenden Verfahren in ein und demselben Spinnapparat sowohl eine Gegen- als auch eine Gleichströmung stattfindet. Diese Gleichströmung im unteren Teile ist von nicht zu unterschätzender Bedeutung, gerade hier findet die rascheste Strömung der Fällflüssigkeit statt. Der Faden findet also dort keine zu starke Reibung, im Gegenteil, er wird durch die starke gleichlaufende Strömung gezogen, und es wird dadurch der Zug der Aufwickelvorrichtung unterstützt, so daß also der Faden mit nicht zu starker Spannung auf letztere aufgewickelt wird.

Zur Ausführung des Verfahrens läßt man durch das Rohr a , das in der Nähe der Ansatzstelle des Rohres r an den Konus c angebracht ist, Wasser einströmen, während die Ausflußöffnungen der Rohre r und s geschlossen sind. Wenn der ganze Apparat mit Wasser gefüllt ist, setzt man den Verschußdeckel mit der Spinnbrause b auf und öffnet alsdann

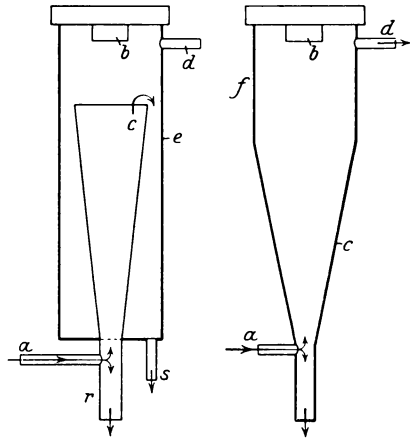


Fig. 168.

Fig. 169.

das Rohr r . Hierauf öffnet man den Hahn, der die Spinnlösung durch die Brause treten läßt. Es findet zunächst eine Strömung des Wassers durch den Trichter, also gegen die herabfallenden Fäden nicht statt, die Fäden können somit, ohne Widerstand zu finden, herabfallen. Kommen dann die Fäden an die Ansatzstelle des Rohres a , so finden sie dort nur die Bewegung des Wassers nach dem Ausfluß von r zu vor; sie werden also von dieser Stelle an mitgezogen. Dann werden sie auf die Aufwickelvorrichtung aufgelegt, und jetzt kann mit dem Gegenstrom begonnen werden, dadurch, daß man auch den Verschuß von S öffnet. Dann regelt man den Wasserzufluß durch a so, daß aus S soviel Wasser ausfließt, als erfahrungsgemäß für gutes Spinnen notwendig ist. Der zylindrische Oberteil der Spinnvorrichtung wird so lang gemacht, daß das Ausziehen der Fäden zum größten Teil darin vor sich geht. Die Fällflüssigkeit in diesem Teil nimmt nun viel Ammoniak aus dem durchlaufenden Faden auf. Sie würde bald zur Fällung oder Erstarrung der Fäden unbrauchbar werden, wenn sie sich nicht stets aus der von unten zugeführten Fällflüssigkeit erneuern würde, wodurch sich ein für gutes Spinnen geeigneter Gleichgewichtszustand herstellt. Anstatt die Fällflüssigkeit durch das Rohr S abfließen zu lassen, kann man sie auch durch einen Rohransatz d am oberen Ende der Spinnvorrichtung abfließen lassen. Denn die Bewegung der Fällflüssigkeit im oberen zylindrischen Teil der Vorrichtung ist so gering, daß sie dem Durchgang des Fadens gar keinen Widerstand entgegensetzt. In diesem Fall ist natürlich die Erneuerung der Fällflüssigkeit im zylindrischen Teil etwas rascher, was aber keinerlei Schaden verursacht. Höchstens erfolgt die Erhärtung der Fäden etwas rascher. Es sind aber auch hier, wie im ersten Teil, zwei verschiedene Strömungen vorhanden, eine sehr langsame und gleichförmige im zylindrischen Teil und eine dauernd mit dem Querschnitt des konischen Trichters sich ändernde in diesem.

Erfolgt nun der Abfluß aus dem Rohr d , so kann die Vorrichtung die einfachere Form nach Fig. 169 annehmen. Hier schließt sich der Trichter c unmittelbar an das zylindrische Stück f an und besteht mit diesem aus einem Stück.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Spinnen von Kunstseide nach dem Streckspinnverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß die Fällflüssigkeit in der Spinnvorrichtung zunächst im Gegenstrom zu den Fäden, dagegen, nachdem diese ausreichend erhärtet sind, im Gleichstrom zu den Fäden läuft.

2. Vorrichtung zum Spinnen von Kunstseide nach dem Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch eine Zuleitung (a) über dem unteren Trichterende (r) für die sich hier in zwei Ströme teilende Fällflüssigkeit und eine Ableitung (s) unten an dem den Trichter (c) einschließenden Zylinder (e).

3. Vorrichtung zum Spinnen von Kunstseide nach dem Anspruch 2, gekennzeichnet durch eine Ableitung (d) oberhalb des Trichters (c).

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Spinntrichter (c) oben in ein unmittelbar anschließendes zylindrisches Stück (f) übergeht und mit diesem aus einem Stück besteht.

237. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Vorrichtung zum Spinnen von Kunstseide nach dem Streckspinnverfahren.

D.R.P. 415 798 Kl. 29a vom 18. XI. 1923, Zus. z. D.R.P. 413 790; brit. P. 224 864, Zus. z. brit. P. 224 503; schweiz. P. 112 581; franz. P. 585 587.

Bei Versuchen wurde gefunden, daß man auch ohne den im Hauptpatent (s. vorstehend) vorhandenen konischen Trichter im Innern des Zylinders bzw. ohne dem Spinngefäß die Form dieses Trichters zu geben, arbeiten kann, so daß also der Apparat — Fig. 170 — nur noch aus einem Zylinder *e* besteht, der oben dicht durch einen Deckel abgeschlossen ist. Der Deckel trägt die Brause *b*, während das untere Ende durch eine Kappe abgeschlossen ist, welche in der Mitte einen kurzen Rohrstutzen *r* trägt, an welchem ein Auslaufrohr mittels Gummischlauch befestigt ist. Außerdem ist am Boden der Kappe noch ein zweites kurzes Rohrstück *s* angebracht, durch welches die Fällflüssigkeit eintritt. Damit bei Beginn des Spinnens die herunterfallenden Fäden nicht auf dem Boden der Kappe liegen bleiben, sondern durch das Rohr *r* auslaufen, ist es zweckmäßig, den Boden etwas konisch zu gestalten. Die Strömung der Fällflüssigkeit ist also hier keine anfangs rasche und später langsam werdende, sondern eine in ihrem Verlauf im Zylinder stets gleich bleibend langsame. Anstatt die Fällflüssigkeit durch das Rohr *s* einzuführen, könnte man auch wie beim Hauptpatent an das Rohr *r* ein seitliches Rohr ansetzen und die Fällflüssigkeit dort eintreten lassen. Auch hier ist der Verlauf des Ausziehens und Erhärtens des Fadens genau derselbe wie im Hauptpatent. Der aus der Brause austretende Faden fällt in einer in langsamer entgegengesetzter Bewegung befindlichen Fällflüssigkeit herunter und trifft dabei, je tiefer er kommt, immer reinere, also mit weniger Ammoniak beladene Fällflüssigkeit. Da die Bewegung der Fällflüssigkeit im Zylinder insbesondere in seinem oberen Teil sehr ruhig ist, geht das Ausziehen des Fadens auch außerordentlich glatt vor sich.

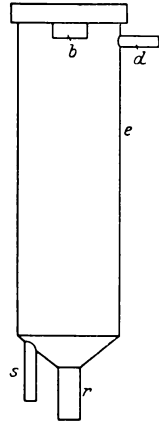


Fig. 170.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Spinnen von Kunstseide nach dem Streckspinnverfahren gemäß Patent 413 790, gekennzeichnet durch ein allseitig geschlossenes zylindrisches Gefäß, in das die Fällflüssigkeit im Gegenstrom zu den Kunstseidefäden unten durch ein Rohr (*s*) eingeführt und oben durch ein Rohr (*d*) abgeleitet wird.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Boden des Zylinders (*e*) konisch gestaltet ist.

238. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen. Apparat zur Herstellung von Fäden.

Brit. P. 229 638 vom 6. I. 1925 (Prior. vom 18. II. 1924); schweiz. P. 112 784.

Der konische Teil *e* (Fig. 171) eines Apparats zum Spinnen künstlicher Seide nach dem Streckspinnverfahren wird bis an die untere

Kante der Spinnbrause *b* herangeführt oder noch höher, und die gesamte Fällflüssigkeit wird durch den Zulauf *r* am unteren Teil des Spinnzylinders zugeleitet. Auf diese Weise wird eine ruhige Flüssigkeitszone an der Spinnbrause erzielt.

239. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen. Apparat zur Herstellung von Fäden.

Brit. P. 235 853 vom 19. V. 1925 (Prior. vom 18. VI. 1924), Zus. z. brit. P. 227 006.

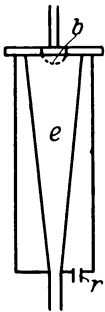


Fig. 171.

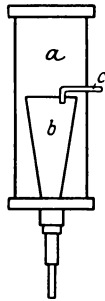


Fig. 172.

Die Vorrichtung zum Einführen von Reinigungsflüssigkeit zur Beseitigung von Niederschlägen in dem Spinntrichter gemäß dem Hauptpatent (s. S. 219) wird für Apparate mit Glasrichter und ihn umschließenden Glaszylinder dahin abgeändert, daß zur Ersparnis an Reinigungsflüssigkeit der Glaszylinder in Höhe des oberen Trichterrandes durchbohrt und durch die Durchbohrung das Rohr *c* zur Zuleitung der Reinigungsflüssigkeit eingeführt wird (Fig. 172). Das Rohr *c* ragt in den Trichter hinein, wird es an einer tieferen Stelle eingesetzt, so wird auch der Trichter durchbohrt.

Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.

240. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Kelsterbach a. M. Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fäden und Filme sowie künstlichen Roßhaars mittels hochprozentiger Zelluloselösungen. D.R.P. 230 941 Kl. 29 b vom 18. I. 1908 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 986 017 (F. Lehner); österr. P. 57 698.

Kupferoxydammoniakzelluloselösungen sind bekanntlich bei gewöhnlicher Temperatur leicht zersetzlich; sie lassen sich, bei gewöhnlicher Temperatur aufbewahrt, infolge von Oxydation der gelösten Zellulose nach kurzer Zeit nicht mehr verspinnen. Bei ihrer Aufbewahrung sowohl wie auch bei ihrer Herstellung müssen deshalb niedrige Temperaturen von 0–5° beobachtet werden.

Demgegenüber wurde nun festgestellt, daß ammoniakalische Lösungen von Kupferchlorür zur Herstellung beständiger und hochprozentiger Spinnlösungen geeignet sind. Die Löslichkeit von Zellulose in Kupferchlorürammoniak ist an sich bekannt; eine Ausnutzung dieser Tatsache zwecks Erzeugung künstlicher Fäden hat jedoch bisher nicht stattgefunden. Infolge des Reduktionsvermögens des Kupferchlorürs wird die Zellulose auch beim Auflösen in Kupferchlorürammoniak im Gegensatz zum Kupferoxydammoniak vor Oxydationswirkungen bewahrt, selbst wenn man ohne Kühlung bei gewöhnlicher Temperatur und auf hochprozentige Lösungen arbeitet. Kupferchlorür kann aber auch zum Anreichern von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen an Zellulose und zum Beständigmachen derartiger Lösungen dienen. Wird in eine bei gewöhnlicher Temperatur hergestellte Kupferoxydammoniaklösung Zellulose solange eingetragen, bis sich nichts mehr davon löst,

so können nach Zusatz von Kupferchlorür bei gleichbleibendem Ammoniakgehalt weitere Mengen von Zellulose darin aufgelöst werden, und zwar zu derartig hochprozentigen Lösungen, wie sie mit Kupferoxydsalzen nicht erhältlich sind. Dazu kommt, daß auch solche Lösungen beständig sind. Mischt oder vermahlt man trockene Zellulose mit trockenem Kupferchlorür in molekularem Verhältnis innig, so erhält man ein bei Luftabschluß unbegrenzt haltbares und jederzeit verwendbares Pulver, das mit konzentrierter wässriger Ammoniakflüssigkeit sofort eine gut verwendbare Spinnlösung ergibt. Ein Teil des Kupferchlorürs kann durch Kupferhydroxyd ersetzt werden. Man kann zu diesem Zweck auch so verfahren, daß man Zellulose mit Kupferchlorid imprägniert und durch schweflige Säure Kupferchlorür auf der Zellulosefaser ausfällt. Nach dem Waschen mit Wasser und Trocknen wird auch auf diese Weise ein in Ammoniakflüssigkeit leicht lösliches Produkt erhalten. Schließlich kann man die Zellulose zunächst mit Ammoniakflüssigkeit imprägnieren, worauf man Kupferchlorür zu der Masse gibt und das Ganze durch Kneten zur Lösung bringt. An Stelle von Zellulose lassen sich zellulosehaltige Stoffe, Zellulosehydrat oder Hydrozellulose verwenden. Zusätze von Seidenfibroin, Kasein u. dgl. sind nicht ausgeschlossen, aber nicht vorteilhaft.

Beispiel 1. In 900 g wäßriger Ammoniaklösung von 0,900 spez. Gew., worin 100 g Kupferchlorür aufgelöst werden, wurden 50 g fein zerteilte Zellulose, z. B. gut gebleichte Baumwolle, bei gewöhnlicher Temperatur eingetragen. Unter gutem Rühren erhält man sehr rasch eine vollkommen klare homogene Lösung von blauer Farbe, die auch unter dem Mikroskop keine ungelösten Fasern erkennen läßt. Die Lösung wird durch Gewebe aus Wolle oder durch genügend feine Drahtsiebe filtriert und unter geringem Druck durch Kapillaren oder schlitzenartige Öffnungen in eine Fällflüssigkeit gepreßt und koaguliert. Als Fällflüssigkeit eignet sich sehr gut konzentrierte warme Kali- oder Natronlauge. Die Gebilde werden durch Waschen mit Säuren und Wasser von Kupferverbindungen befreit und schließlich unter Spannung getrocknet. Als Fällflüssigkeit können auch Säuren oder Lösungen von Salzen Verwendung finden; die Bildung der Fäden oder Filme erfolgt dabei indessen nicht so rasch. Außerdem sind die auf diese Weise erhaltenen Gebilde von geringerer Festigkeit.

Beispiel 2. Zu einer Kupferoxydammoniaklösung von etwa 2–3% Kupfer wird Zellulose solange zugegeben, bis sich nichts mehr davon löst. Der Grad der Löslichkeit hängt von der Art der Zellulose sowie von der Konzentration der benutzten wäßrigen Ammoniakflüssigkeit ab. Ist das Lösungsvermögen erschöpft, d. h. erfolgt nur mehr ein bloßes Aufquellen der Zellulose, so wird Kupferchlorür in Pulverform zugegeben, das mit der aufgequollenen Zellulose in Lösung geht. Durch abwechselnden weiteren Zusatz von Zellulose und Kupferchlorür kann man die Konzentration der Lösung an Zellulose bis auf das Doppelte steigern, ohne den Ammoniakgehalt zu ändern. Die Lösung wird dabei immer zähflüssiger, sie wird schließlich filtriert und nach Beispiel 1 weiterverarbeitet.

Patentanspruch: Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fäden und Filme sowie künstlichen Roßhaars mittels hochprozentiger Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß aus Kupferchlorür für sich oder in Verbindung mit anderen Kupferverbindungen, wie Kupferhydroxyd oder Kupferkarbonat, wäßriger Ammoniakflüssigkeit und Zellulose hergestellte Lösungen in üblicher Weise versponnen werden.

Nach Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H.

241. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Groß-Auheim. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung.

D.R.P. 220 711 Kl. 29 b vom 25. VII. 1907 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 988 430 (E. Bechtel).

Da die bekannte Kupferoxydammoniakzelluloselösung beim freien Auslauf aus einem Gefäß in dünnem Strahle die Neigung zeigt, Tropfen zu bilden, so war man bisher bei ihrer Verwendung zur Herstellung von Fäden genötigt, sie unter Druck aus Kapillaren austreten zu lassen, wobei außerdem noch niedrige Temperaturen innegehalten werden mußten. Die vorliegende Erfindung hat nun den Zweck, Kapillaren sowohl als auch niedrige Temperaturen zu umgehen. Ihr Wesen besteht darin, daß der Zelluloselösung Stoffe schleimiger oder gelatinöser Natur zugesetzt werden. Am besten haben sich bisher rizinusölsaures Natron, Glycerin oder Gelatine erwiesen. Der Lösung wird auf diese Weise ihre Neigung, im freien Fall Tropfen zu bilden, vollständig genommen. Sie läßt sich nunmehr etwa wie Honig zu Fäden ausziehen. Die Vorteile des neuen Verfahrens sind folgende: Fortfall der Kapillarröhrchen beim Verspinnen der Lösung, Fortfall der Filtration, weil selbst größere Fremdkörper ein fortlaufendes Spinnen des Fadens ohne Abreißen gestatten, und Erhöhung der Geschmeidigkeit und des Glanzes des Fadens. Beispiel: Zu 200 kg einer 8%igen Kupferoxydammoniakzelluloselösung werden 1,6 kg in 3 l warmen Wassers gelöstes rizinusölsaures Natron oder 0,5 kg in 2 l 15%igen Ammoniaks gelöstes rizinusölsaures Kupfer zugesetzt und etwa 1—2 Stunden tüchtig gerührt. Die zur Erreichung einer fadenziehenden Lösung erforderliche Menge dieser Zusatzmittel richtet sich natürlich ganz nach der Beschaffenheit der zur Verfügung stehenden Lösung. Gewöhnlich genügen aber 10% (auf Zellulose berechnet).

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung, dadurch gekennzeichnet, daß gewöhnliche Kupferoxydammoniakzelluloselösung mit solchen Stoffen versetzt wird, welche, wie rizinusölsaures Natrium, Glycerin oder Gelatine, die Zähigkeit der Lösung erhöhen, und daß die so erhaltene Mischung ohne Anwendung von Kapillaren und Druck versponnen wird.

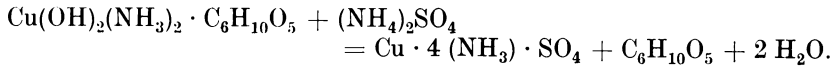
242. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Groß-Auheim. Herstellung glänzender Zellulosegebilde aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 222 873 Kl. 29 b vom 31. V. 1908 (gelöscht).

Es ist bekannt, Zellulose zur Herstellung von seidenähnlichen Fäden und sonstigen glänzenden Gebilden aus ihren Kupferoxydammoniak-

lösungen mit Hilfe von Säuren, Laugen oder Salzen zu fällen. Die Koagulation beruht darauf, daß das Lösungsmittel für die Kupferzellulose, das Ammoniak, den zunächst flüssigen Gebilden entzogen wird.

Es wurde nun gefunden, daß unter den Salzen diejenigen des Ammoniaks in wäßriger Lösung besonders vorteilhaft wirken, und zwar im Sinne der folgenden Gleichung:



Sie treten also nicht nur, wie andere Salze, rein physikalisch, sondern auch chemisch mit den zu koagulierenden viskosen Lösungen in Wechselwirkung, indem sie den Fäden bei der Koagulation sowohl das Kupfer als auch das Ammoniak unter Bildung von Kupfertetraminsalzen entziehen, die sich durch Auswaschen mit Wasser, den gegebenenfalls nur wenig Essigsäure beizumischen ist, völlig entfernen lassen. Man erhält auf diese Weise mittels indifferenten Salzlösungen unmittelbar, ohne daß Ammoniakdämpfe auftreten, kupferfreie Fäden, die sonst nur mittels starker Säuren erhältlich sind, und vermeidet dabei Hydrozellulosebildung und Sprödewerden der Fäden, die die Säurebäder im Gefolge haben. Glanz und Festigkeit der gewonnenen Gebilde können dadurch erhöht werden, daß man sie in an sich bekannter Weise mit Lauge nachbehandelt, indem man z. B. die auf die Spinnwalze aufgelaufenen Fäden in konzentrierter, gegebenenfalls gekühlter Lauge umlaufen läßt.

Patentanspruch: Herstellung glänzender Zellulosegebilde aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man diese nach der Formung in wäßrige Lösungen von Ammoniumsalzen eintreten läßt.

243. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Groß-Auheim. Vorrichtung zur Herstellung von künstlicher Seide und ähnlichen Fäden mit mehreren hintereinander angeordneten, in Bädern laufenden Walzen.

D.R.P. 233 370 Kl. 29a vom 15. X. 1908 (gelöscht).

Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung, welche bei der Herstellung von künstlicher Seide und ähnlichen Fäden Verwendung findet, und bei der der herzustellende Faden über mehrere hintereinander angeordnete, in Bädern laufende Walzen geführt wird. Die Erfindung besteht in der Ausbildung der bei der Vorrichtung Verwendung findenden Fadenführungswalzen als Haspel, deren Stäbe zum Teil als Schraubenspindeln ausgebildet sind und außer der Drehung um die Haspelachse noch eine Drehung um ihre eigene Achse erhalten. Hierdurch wird gegenüber bereits bekannten ähnlichen Vorrichtungen der große Vorteil erreicht, daß der auf die Führungswalzen geleitete Faden in einer einzigen Schicht, aber in mehreren nebeneinander liegenden Windungen aufgewickelt wird, ohne daß er jemals während des Durchführens durch die verschiedenen Bäder von den Walzen abgenommen werden muß. Infolgedessen wird ein Reißen des Fadens während seiner Behandlung in den verschiedenen Bädern nach Möglichkeit vermieden. Dies ist für die vorliegende Vorrichtung von besonderer Bedeutung, weil diese in

erster Linie für die Herstellung von Kunstseidefäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen bestimmt ist, also für die Behandlung nasser Fäden, bei der ein Reißen der Fäden sehr leicht eintritt, wenn man genötigt ist, den Faden während seiner Führung über die Walzen von diesen abzuheben.

In der Zeichnung ist eine Einrichtung nach vorliegender Erfindung, soweit es zu deren Verständnis nötig ist, beispielsweise in einer Aus-

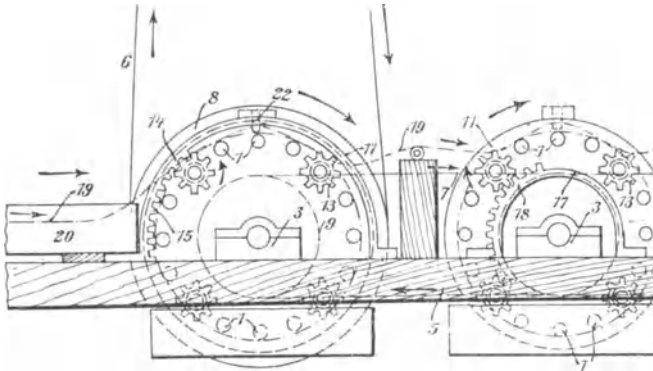


Fig. 173.

föhrungsform dargestellt. Fig. 173 ist ein Aufriß und Fig. 174 ein Grundriß dieser. Fig. 175 ist eine Ansicht der Einrichtung in Richtung des Pfeiles in Fig. 173 gesehen. Fig. 176 zeigt eine Einzelheit. Die

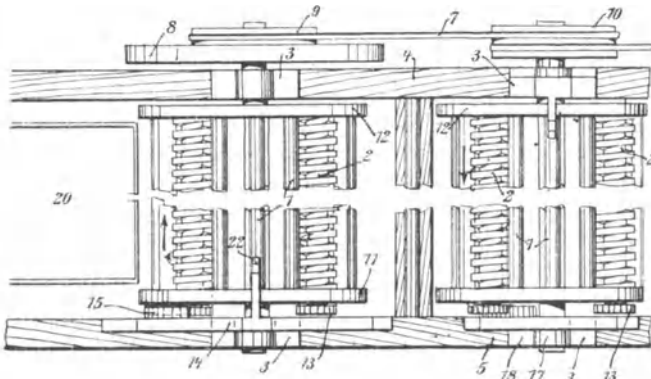


Fig. 174.

Einrichtung besteht im wesentlichen aus mehreren hintereinander angeordneten Trommeln, von denen in der Zeichnung nur zwei dargestellt sind, und die bei der beispielsweise dargestellten Ausführungsform nach Art einer Käfigtrommel ausgebildet sind. Die Stäbe 1 werden zweckmäßig aus Glas hergestellt. Jede der Trommeln trägt vier oder mehr Schraubenspindeln 2 aus Glas, die nahe dem Umfang der Trommelscheibe zwischen je zwei Stäben 1 angeordnet sind. Die Trommeln sind

in Lagern 3 auf die durchgehenden Schwellen 4, 5 gelagert und werden durch die über die Riemenscheiben 8, 9, 10 laufenden Riemen 6, 7 in Umdrehung versetzt. Die Glasstäbe 1 sitzen fest zwischen den Trommelwänden 11, 12, während die Schraubenspindeln 2 in diesen drehbar gelagert sind. Die Spindeln 2 erhalten ihre Umdrehung durch Zahnrädchen 13, die auf dem aus der Trommelwand 11 herausragenden Ende der Schraubenspindeln 2 angeordnet sind. Um eine einmalige, sich selbsttätig wiederholende Umdrehung der Schraubenspindeln 2 zu ermöglichen, sitzt auf der Längsschwelle 5 konzentrisch zur ersten Trommel ein Bogen 14, der auf seiner Innenseite eine Verzahnung 15 trägt, und konzentrisch zur zweiten Trommel ein zweiter Bogen 17, der auf seiner Außenseite mit einer Verzahnung 18 versehen ist. Die Teillinien der Verzahnungen entsprechen in ihren Längen dem Umfang des Teilkreises für die Zahnrädchen, so daß bei einer einmaligen Drehung der Trommeln durch Eingreifen der Zahnrädchen 13 in die Verzahnungen 15, 18 die Spindeln je eine Umdrehung erhalten.

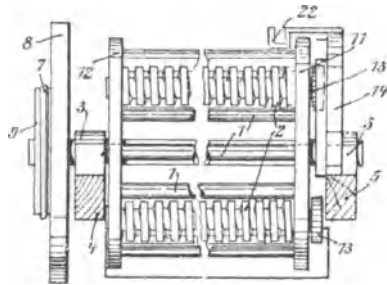


Fig. 175.



Fig. 176.

Der Arbeitsvorgang beim Aufwickeln der künstlichen Fäden ist nun folgender: Der beispielsweise zu spinnende Faden 19, der aus der Kapillare durch das Bad 20 gezogen wird, wird mit seinem Ende um die Spitze 21 des Reiters (Fig. 176) gewickelt. Nach einmaliger Umdrehung wird der Faden 19 in eine Leitgabel 22 gelegt. Diese ist so eingestellt, daß der durchhängende Teil des Fadens 19 jeweilig in die Nut der betreffenden Schraubenspindeln 2 zu liegen kommt. Nach weiterer Umdrehung der Trommel kommt das Zahnrädchen 13 der betreffenden Schraubenspindel in Eingriff mit dem Zahnrädchen 15, wodurch das Zahnrad und damit die Schraubenspindel eine Umdrehung von links nach rechts oder rechts nach links erhalten und dadurch die Schraubenspindel 2 den eingelegten Faden mitnimmt. Dadurch wird die Nut, die in der Ebene der Leitgabel liegt, wieder frei zur Aufnahme der folgenden Partie des Fadens. Ist nun die erste Trommel vollständig bewickelt, dann wird das Fadenende vom ersten Reiter weggenommen und auf den Reiter einer Spindel der zweiten Trommel in gleicher Weise befestigt und durch die Drehung dieser Trommel mitgenommen. Über dieser Trommel ist nun auf der Längsschwelle 4 eine gleiche feststehende Führungsgabel 22 angebracht, die den gleichen Zweck hat wie die Führungsgabel über der Trommel 1. Der vollgewickelten ersten Trommel entsprechend muß der auf die zweite Trommel aufzuwickelnde Faden nun durch die Spindel von links nach rechts geführt werden. Die Spindeln müssen demnach ebenfalls von links nach rechts bewegt werden. Dies

wird dadurch erreicht, daß auf dem bereits erwähnten Bogen 17 die Verzahnung 18 außen angebracht ist. Schaltet man nun beliebig viele solcher Trommeln hintereinander, so kann ein aufgenommener Faden von beliebiger Länge durch mehrere Bäder von Laugen und Spülwasser, durch Trockentrommeln u. dgl. hindurchgeführt werden, ohne daß eine Unterbrechung bei der Fadenherstellung eintritt. Dabei werden alle die obenerwähnten Nachteile vermieden.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung von künstlicher Seide und ähnlichen Fäden mit mehreren hintereinander angeordneten, in Bädern laufenden Walzen, dadurch gekennzeichnet, daß als Führungswalzen Haspel Verwendung finden, deren Stäbe zum Teil als Schraubenspindeln ausgebildet sind und außer der Drehung um die Haspelachse eine Drehung um ihre eigene Achse erhalten.

244. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Groß-Auheim. Verfahren zur Herstellung oxyzellulosearmer Zellulosegebilde aus kupfertetraminsulfathaltigen Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 240 242 Kl. 29b vom 30. V. 1908 (gelöscht).

Die zur Herstellung von künstlichem Roßhaar und Kunstseide dienenden Kupferoxydammoniakzelluloselösungen muß man bei der Herstellung, Aufbewahrung und Weiterverarbeitung kühl halten, um unliebsame störende Zersetzungen der Lösungen und der darin enthaltenen Zellulose zu verhüten.

Es wurde festgestellt, daß diejenigen Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, in denen sich Kupfertetraminsulfat in gesättigter oder nahezu gesättigter Lösung befindet, nicht nur ohne Schädigung Erwärmung vertragen, sondern sogar nach dem Erwärmen bei der Koagulation wertvollere Zelluloseprodukte als ohne Erwärmung liefern; denn die aus derartigen, erwärmt gewesenen Zelluloselösungen ausgeschiedenen Fäden u. dgl. weisen einen geringeren Gehalt an Oxyzellulose und in Verbindung damit höhere Fertigkeit auf. Man muß jedoch bei der Erwärmung Sorge tragen, daß die Temperatur nicht zu hoch, d. h. nicht über 40–50° steigt, weil sonst wegen zu reichlichen Entweichens von Ammoniak eine vorzeitige Abscheidung von Zellulose eintreten könnte. Zu 100 l einer 20% igen Ammoniaklösung werden 2,7 kg Kupfertetraminsulfat, 2,0 kg Kupfer in Form von Kupferhydrat und 5 kg Baumwolle gegeben und durch inniges Vermischen zur Lösung gebracht. Die so hergestellte Zelluloselösung wird im geschlossenen Gefäß unter Rühren 4–5 Stunden auf 40–45° erwärmt. Nach der üblichen Filtration ist sie spinnfertig und kann in bekannter Weise zu Fäden verarbeitet werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung oxyzellulosearmer Zellulosegebilde aus kupfertetraminsulfathaltigen Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man mit Kupfertetraminsulfat gesättigte oder nahezu gesättigte Kupferoxydammoniakzelluloselösungen vor oder während der Verarbeitung erwärmt¹⁾.

¹⁾ Vgl. hierzu Berl, Zeitschr. f. angew. Chem. 1910, S. 987.

Nach Bechtel.**245. Ph. Bechtel, Ilbenstadt, Kr. Friedberg in Hessen.** Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 229 711 Kl. 29b vom 8. VIII. 1909 (gelöscht).

Die Herstellung künstlicher Fäden erfolgt meist in der Weise, daß Zelluloselösungen nach Filtration durch kapillare Mundstücke in geeigneten Koagulierungsmitteln versponnen werden. Es wurde nun gefunden, daß man diese Verfahren wesentlich dadurch verbilligen kann, daß man mechanisch zerkleinerte Zellulose der chemisch gelösten Zellulose vor dem Verspinnen beimischt, wobei natürlich die Zerkleinerung der Zellulose parallel zur Dicke des zu erzielenden Fadens laufen muß. Man spart dadurch erheblich an Lösungsmittel. Man fügt z. B. zu 100 g in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose 50 g mittels gewöhnlicher in der Papierfabrikation verwendeter Mahlholländer auf eine Faserlänge von 0,3–0,5 mm zerkleinerter Sulfitzellulose unter stetem Rühren. Damit keine größeren Zellulosefasern in die Mischung kommen, treibt man die gemahlene Zellulose vorher durch ein geeignetes Metallsieb von entsprechender Maschenweite. Nach etwa zweistündigem Rühren ist die Mischung, in der sich die einzelnen Fäserchen ausnehmend fein verteilen, spinnfähig. Sie kann auf übliche Weise durch etwa 0,5 mm weite Kapillarröhrchen versponnen und dann weiter aufgearbeitet werden. Die Menge der zu verwendenden mechanisch zerkleinerten Zellulose richtet sich nach dem Endprodukt, das erzielt werden soll. Dabei geben selbst Lösungen mit 50% Zusatz und mehr noch vortreffliche Fäden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden aus Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man den betreffenden Lösungen mechanisch zerkleinerte Zellulose zusetzt und das Gemisch auf übliche Weise mittels Kapillaren verspinnt.

Nach Glanzfäden Akt.-Ges.**246. Glanzfäden Aktien-Gesellschaft, Berlin.** Verfahren zur Herstellung von Zellulosegebilden, wie Kunstseide u. dgl., aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mit Hilfe von Erdalkalichloridbädern.

D.R.P. 241 683 Kl. 29b vom 16. V. 1909 (gelöscht).

Es ist bekannt, Erdalkalichloridbäder zum Ausfällen von Zellulosegebilden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung zu benutzen¹⁾, womit man gegenüber dem früheren Verfahren zur Fällung mit Hilfe von Alkaliläugen den Vorteil eines angenehmeren Arbeitens mit einem billigeren Rohstoff erzielte. Bisher wurden indes stets verdünnte Erdalkalichloridlösungen verwendet, die aber den Nachteil zeigten, daß die damit ausgefallten Zellulosegebilde überhaupt nicht in größerem Maßstabe hergestellt werden konnten, weil beispielsweise der gesponnene Faden auf der Spinnwalze zusammengeklebt war.

Es wurde festgestellt, daß dieser Übelstand durch Verwendung einer gesättigten oder fast gesättigten Erdalkalichloridlösung beseitigt werden

¹⁾ Siehe S. 313, 327.

kann, und zwar in einem solchem Maße, daß der Mehrverbrauch an Erdalkalichlorid für die Bäder gegenüber dem damit erzielten besseren Erzeugnisse gar nicht in Betracht kommt. Beispiel: Es wird aus porösem Chlorkalzium eine gesättigte Lösung von etwa 34% CaCl_2 hergestellt, die durch Filtrieren von den der Handelsware beigemischten Fremdkörpern getrennt wird. Diese Lösung wird dann in üblicher Weise als Fällbad für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen angewendet, und die so erhaltenen Zellulosegebilde werden durch Waschen mit Wasser und 2% iger Salzsäurelösung entkuppert und gereinigt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zellulosegebilden, wie Kunstseide u. dgl., aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mit Hilfe von Erdalkalichloridbädern, dadurch gekennzeichnet, daß man als Fällbad gesättigte oder nahezu gesättigte Lösungen verwendet.

Nach Ditzler.

247. G. Ditzler, Verviers, Belgien. Verfahren zur Gewinnung von Kunstseide, Filmen od. dgl. Produkten mittels einer ammoniakalischen Kupferoxydzelluloselösung.

D.R.P. 244510 Kl. 29b vom 25. I. 1911 (gelöscht), (Prior. Belgien vom 21. IV. 1910); brit. P. 9336¹⁹¹¹ (The Palatine Artificial Yarn Company Ltd., Manchester).

Es ist festgestellt worden, daß die nach den üblichen Verfahren hergestellten Kupferoxydammoniakzelluloselösungen sich in Berührung mit der Luft infolge der oxydierenden Wirkung des Luftsauerstoffes auf die Zellulose verändern. Die auf diese Weise durch Sauerstoff oder irgendein anderes Mittel oxydierte und veränderte Zellulose erzeugt beim nachherigen Fällen durch saure oder alkalische Mittel einen filmartigen, weniger zähen Niederschlag als Zellulose, die keiner oxydierenden Wirkung ausgesetzt war. Dieser Umstand erklärt übrigens, weshalb Kunstseidefäden oder Filme mit der Dauer der Lufteinwirkung auf die Zelluloselösungen an Stärke, Zähigkeit und Elastizität beträchtlich verlieren. Um diese Übelstände zu beseitigen, wird die Auflösung der Zellulose sowie alle übrigen Maßnahmen bis zur Fällung der Lösung unter Ausschluß jeder Oxydation vorgenommen. Dies wird praktisch durch Anwendung eines Vakuums, eines neutralen Gases oder einer isolierenden Flüssigkeit erreicht. Man kann beispielsweise auf folgende Weise verfahren: Die Auflösung der Zellulose geschieht in einem geschlossenen Mischapparat, in welchen vorher ein neutrales Gas, z. B. Stickstoff, eingeleitet worden ist. Die auf diese Weise erhaltene Lösung wird dann bis zu ihrer Fällung durch eine geeignete Flüssigkeit unter Ausschluß aller oxydierenden Mittel, z. B. in einer Stickstoffatmosphäre oder unter einer Schicht von Mineralöl oder Benzol, die die Zelluloselösung isoliert, behandelt. Außer den schon genannten Vorteilen bietet das Verfahren die Möglichkeit, die Zelluloselösungen ohne Veränderung lange Zeit aufzubewahren.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Gewinnung von Kunstseide, Filmen od. dgl. Produkten mittels einer ammoniakalischen Kupferoxyd-

zelluloselösung, dadurch gekennzeichnet, daß die Auflösung der Zellulose sowie alle nachfolgenden Maßnahmen bis zur Fällung der Zelluloselösung unter Ausschluß der Luft vorgenommen werden.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zelluloselösungen in einem Vakuum oder neutralen Gase, z. B. Stickstoff, hergestellt werden, worauf sie in einer neutralen Atmosphäre oder unter einer isolierenden Flüssigkeitsschicht weiter behandelt werden¹⁾.

Nach Eck.

248. Th. Eck, Lodz. Vorrichtung zur Herstellung von künstlichen Fäden, künstlichem Roßhaar usw. in ununterbrochenem Arbeitsgange.

D.R.P. 300 254 Kl. 29a vom 22. IV. 1913 (gelöscht).

Die Erfindung verfolgt den Zweck, die Herstellung der Kunstseide in der Weise zu vereinfachen, daß alle Arbeiten bis zum Zwirnen auf nur einer Maschine im ununterbrochenen Arbeitsgange ausgeführt werden; sie bleibt im Prinzip bei der bisherigen Arbeitsweise des Spinnens auf Zylinder, nur mit dem Unterschiede, daß bisher der frisch koagulierte Faden auf einen Zylinder kreuzweise aufgewickelt wird, während er nach der Erfindung mittels einer zweiten geteilten Walze und mittels Führungsrechens seitlich verschoben und gleichzeitig durch die chemischen Bäder usw. geführt wird. Als erläuterndes Beispiel ist das Kupferoxydammoniakverfahren angeführt, die Vorrichtung kann aber auch für jedes andere Spinnverfahren gebraucht werden. Die gut filtrierte Kupferoxydammoniakzelluloselösung gelangt unter Druck aus dem Hauptzuleitungsrohr *a* (Fig. 177) in den Spinnkopf *b*, woselbst die Lösung aus einer Anzahl mit feinen Öffnungen versehener Spindüsen *c* in das warme alkalische Fällbad der Wanne *d* eingespritzt wird. Das aus 12–20 Einzelfädchen bestehende Fadenbündel wird mittels des festen Fadenführers *e* auf die umlaufende Walze *f* geführt. Der blaue, mit Lauge getränkte Faden wird in mehreren Windungen abwechselnd über die obere Walze *f* und unter die mit gleicher Geschwindigkeit umlaufende Scheibe *l* (Fig. 180) geführt. Die Verschiebungen der Windungen nach der Seite hin vermittelt der mit Führungzapfen versehene Rechen *h*; die Zapfen des Rechens trennen die einzelnen Windungen voneinander und halten den Lauf der Windungen an bestimmter Stelle fest. Der längere Gang des frisch gefällten Fadens an der Luft hat den Zweck, die Koagulation zu vollenden; die Weiterführung der Koagulation kann aber auch dadurch geschehen, daß der Faden mittels der Scheibe *l* in mehreren Windungen durch ein entsprechend starkes Fällbad nochmals geführt wird, welches sich in einem Behälter unterhalb der Scheibe *l* befindet. Der genügend koagulierte Faden wird nun mittels des Führungsrechens seitlich auf die Scheibe *2* verschoben, durchläuft im Kasten *l* (Fig. 178) Waschwasser (siehe *i*, Fig. 177) und wird von der drehbaren

¹⁾ Vgl. hierzu Berl, Zeitschr. f. angew. Chem. 1910, S. 987.

Walze g wieder auf die Walze f geführt; ein zweiter Führungsrechen j verhindert das Zusammenlaufen der Fadenwindungen; bei Herstellung z. B. von Roßhaar kann die Walze g durch einen Glasstab ersetzt werden. In den Kasten l (Fig. 178 und 180) fließt bei E (Fig. 177 und 178) ununterbrochen eine geringe Menge Wasser, welches dem Faden den größten Teil der Fällflüssigkeit und Ammoniak entzieht; bei A (Fig. 177 und 178) fließt das verdünnte ammoniakhaltige Fällbad in ein gemeinschaftliches Rohr k (Fig. 177) ab, es wird zur Rückgewinnung des Ammoniaks mittels Destillation benützt, darauf eingedampft und wieder in Gebrauch genommen; durch Anordnung mehrerer solcher Waschkasten nebeneinander kann die Ausbeute an Ammoniak und Fällbad weitergeführt werden. Zur Zersetzung des nur wenig Alkali mitführenden, aus Kupfer-

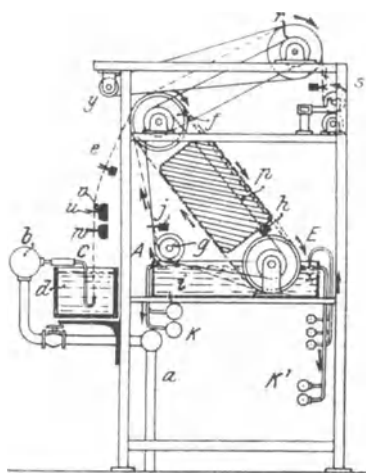


Fig. 177.

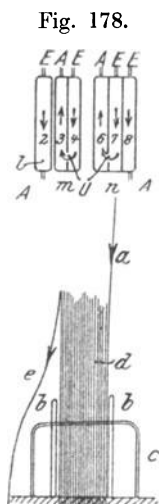


Fig. 179.

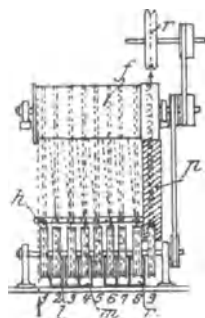


Fig. 180.

zellulose bestehenden Fadens gelangt dieser seitlich verschoben in den aus zwei Abteilungen bestehenden, mit verdünnter warmer Schwefelsäure gefüllten Kasten m . In die Abteilung 4 (Fig. 178) des Kastens m fließt bei E fortgesetzt die Säure tropfenweise ein, und durch eine Überlauföffnung U der Scheidewand nach der Abteilung 3, in welcher die Säure zum größten Teil zur Auflösung des Kupferhydrats und des vom Faden mitgeführten Alkalis verbraucht wird. Im Kasten 3 wird dem Faden das Kupfer fast gänzlich entzogen, und die aus diesem Kasten bei k^1 (Fig. 177) abfließende saure Lösung von schwefelsaurem Kupfer wird zur Rückgewinnung des Kupfers benützt. Wie sich gezeigt hat, ist zur Entfernung des letzten Restes von Kupfer aus dem Faden eine gewisse Zeit erforderlich; man läßt deshalb den mit Säure getränkten Faden noch eine Anzahl Windungen mittels der Scheibe 5 durch die Luft gehen, bevor man ihn in den Waschkasten n einführt. In die Abteilung 7 des Kastens n fließt bei E fortlaufend eine größere Menge Waschwasser, welches durch Überlauf in die Abteilung 6 und von dort

überlaufend bei A in den Kanal abfließt; bereits in der Abteilung 6 wird der Faden bis auf einen geringen Säurerest ausgewaschen, in der Abteilung 7 vollkommen rein gewaschen. Um den Seidenfaden in gewünschter Weichheit zu erhalten, geht er in der Abteilung 8 des Kastens *n* (Fig. 178) durch Seifenlösung. Der nun von Kupfer und Säure gänzlich freie Seidenfaden wird schließlich zum Zwecke des Trocknens ebenfalls windenförmig mittels der Scheibe 9 (Fig. 180) an der Heizfläche der Trockenplatte *p* vorbeigleiten gelassen, und zwar so, daß die ersten Windungen nur zum Teil an der Heizfläche laufen, die letzten Windungen aber die ganze Flächenlänge gleitend berühren. Zur Erhöhung des Glanzes erhält der Faden während des Vorbeigehens am Heizkörper größere Spannung durch größeren Umfang der Walze *f* und der Scheibe 9 an dieser Stelle. Der trockene Faden gelangt über die Rillenscheibe *r* auf die Spulvorrichtung *s*; der Faden kann aber auch mittels Spinntöpfe oder einer anderen Zwirnvorrichtung gleichzeitig gezwirnt werden. Die Anzahl Windungen, mit welchen der Faden die einzelnen Abteilungen durchläuft, richtet sich nach der Stärke des Fadens, nach der Stärke der Säure und nach der Länge des Verweilens des Fadens in den Bädern bei *i* (Fig. 177); sie schwankt für jede Abteilung von 2–4 Windungen bei Herstellung von Kunstseide. Bei Herstellung von Kunstroßhaar oder Seidenbändchen sind mehr Windungen erforderlich. Um eine größere Anzahl Windungen beim Säuern, Waschen und Trocknen auf möglichst kleinem Raume umlaufen lassen zu können, wird zweckmäßig so verfahren, wie es Fig. 179 zeigt. Die erste Fadenwindung *a* wird von Zapfen *b* des Führungsrechens *h* (Fig. 177 und 180) auf den schrägliegenden Draht *c* geleitet, der ebenfalls am Führungsrechen befestigt ist; sämtliche folgende Fadenwindungen werden dicht aneinander gereiht und laufen sich berührend nebeneinander, so daß sich aus einer Anzahl Fäden ein Fadenband *d* bildet; durch die schiefe Ebene des Stäbchens *c* wird verhindert, daß die Fadenwindungen übereinander laufen. Der letzte Faden *e* des Fadenbandes *d* löst sich von diesem leicht ab und wird in den folgenden Kasten übergeführt.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung von künstlichen Fäden, künstlichem Roßhaar usw. in ununterbrochenem Arbeitsgange, dadurch gekennzeichnet, daß der koagulierte Faden in Windungen über sich drehende Walzen (*f, g* Fig. 177) und eine Anzahl sich gleichfalls drehender Scheiben (*1–9*, Fig. 180) geführt und durch Führungsrechen (*h, j* Fig. 177) seitlich geleitet wird, wobei er der Reihe nach durch Behälter (*l, m, n* Fig. 178) mit verschiedenen Bädern läuft, um dann über eine Trockenplatte (*p*) und Rillenwalze (*r*) nach der Spulvorrichtung (*s*) zu gelangen.

2. Vorrichtung zur Herstellung von künstlichen Fäden nach Anspruch 1, besonders von dickeren Fäden, z. B. Roßhaar oder Seidenbändchen, dadurch gekennzeichnet, daß zwecks längerer Einwirkung der verschiedenen Bäder und des Trockenkörpers eine größere Anzahl Windungen über schrägliegende Stäbchen geführt wird, um die Windungen dicht aneinander in Form eines Bandes reihen zu können (Fig. 179).

Nach Schreiner.**249. Frau K. Schreiner, Darmstadt.** Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fasern aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 322 538 Kl. 29 b vom 25. XII. 1917 (gelöscht).

Bekannt ist das Verfahren zur Erzeugung künstlicher Textilfäden durch Auspressen von Kupferoxydammoniakzelluloselösung aus weiten Öffnungen in eine langsam wirkende Fällflüssigkeit und Ausziehen der anfangs dicken Fäden während ihres allmählichen Erstarrens zu hochfeinen Fasern¹⁾. Bekannt ist ferner das Verfahren zur Herstellung künstlicher glänzender Fäden durch Auspressen von Kupferoxydammoniakzelluloselösung aus feinen Öffnungen in eine saure oder erwärmte Gas- oder Dampfatmosfera oder in eine solche, welche mit einem nebelartig zerstäubten, die Zellulose ausfällenden Körper durchsetzt ist²⁾. In diesem Falle der Anwendung einer erwärmten Gasatmosphäre handelt es sich um eine so weitgehende Erwärmung, daß der aus der feinen Öffnung ausgepreßte Strahl sofort zum Erstarren gebracht wird, während bei der vorliegenden Erfindung, welche ein Streckspinnverfahren mit Kupferoxydammoniakzelluloselösung und gasförmigem, langsam wirkendem Fällungsmittel zum Gegenstand hat, eine Erwärmung des Gasstromes in so geringem Maße stattfindet, daß eine ganz langsame Entziehung des Ammoniaks vor sich geht. Dadurch wird es, ebenso wie im langsam wirkenden Fällbad, ermöglicht, den austretenden dicken Faden zu äußerster Feinheit auszuziehen, ehe er völlig erstarrt ist. Saure oder mit Säure durchsetzte Gase können daher bei dem vorliegenden Verfahren nicht angewandt werden.

Zur Ausführung des Verfahrens empfiehlt es sich, die konzentrierte Kupferoxydammoniakzelluloselösung möglichst von überschüssigem Ammoniak in bekannter Weise zu befreien. Die Spinnöffnungen haben eine Weite von etwa 0,8 mm und stehen, zu einer Brause vereinigt, zweckmäßig jede einzeln am Ende eines Zäpfchens oder Vorsprungen in Abständen von etwa 7 mm voneinander, damit die bei allmählichen Beginn des Spinnens sich bildenden dicken Tropfen sich nicht berühren können. Sobald diese Tropfen sich durch ihre Schwere loslösen, ziehen sie einen hochfeinen Faden hinter sich her und gelangen in ein Säurebad, in welches der Spinnzylinder mit seinem unteren Ende eintaucht. Dort werden die Fäden mit einem Haken erfaßt und als Faserbündel auf den Haspel aufgelegt. Der durch einen Ventilator bewegte Gasstrom tritt in den oben durch einen die Spinnbrause tragenden Deckel abgeschlossenen Spinnzylinder seitlich oberhalb der Brause ein und verläßt den Zylinder wieder seitlich am unteren Ende oberhalb des Säurebades. Zur Vermeidung von Gaswirbeln erfolgt der Ein- und Austritt des Gasstromes durch ringförmig um den Zylinder liegende Verteilungskammern. Der gebrauchte Gasstrom tritt dann in einen gut gekühlten Röhrenkessel, wo sich die Feuchtigkeit niederschlägt und zugleich die Hauptmenge des Ammoniaks absorbiert wird. Dann wird ihm von neuem Feuchtigkeit und Wärme zugeführt und er dient, vom Ventilator an-

¹⁾ Siehe S. 191.²⁾ Siehe S. 199.

gesaugt und nach den Spinnzylindern weiterbefördert, aufs neue zum Entziehen des Ammoniaks aus den Fäden der Zelluloselösung. Aus dem Kondensat des Kühlkessels wird das Ammoniak und aus dem Säurebad das Kupfer wiedergewonnen.

Wenn man als Gasstrom die atmosphärische Luft verwendet, beobachtet man bald einen verminderten Druck durch Verschwinden des Sauerstoffs, der von der alkalischen Zellulose aufgenommen wird. Zur Erzielung eines gleichmäßigen Spinnproduktes ist es daher geboten, den abgekühlten Gasstrom durch einen Turm zu führen, in welchem mit bekannten Mitteln der Sauerstoff entfernt wird.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Erzeugung künstlicher Fasern aus Zelluloselösungen durch nachträgliches Ausstrecken aus weiten Spinnöffnungen austretender dicker Fäden, gekennzeichnet durch die Anwendung konzentrierter Kupferoxydammoniakzelluloselösung als Spinnflüssigkeit und langsam wirkender gasförmiger Fällungsmittel.

2. Eine Ausführungsform des unter 1 beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß dieselbe Gasmenge ununterbrochen im Kreislauf benutzt wird, indem man ihr nach ihrer Benutzung das Ammoniak entzieht und sie dann wieder von neuem verwendet.

3. Bei den unter 1 und 2 beanspruchten Verfahren die Anwendung der von Sauerstoff möglichst befreiten atmosphärischen Luft als gasförmiges Fällungsmittel.

Nach Kitsee.

250. I. Kitsee, Philadelphia, Pa. Kunstseide.

Ver. St. Amer. P. 1 457 977 vom 5. VI. 1923, angem. 25. X. 1921.

Man löst mittels naszierenden Ammoniaks und Kupfer Zellulosefasern zu einer viskosen Masse und verspinnt sie in koaguliertem Zustande zu Fäden mittels Spinndüsen, die eine Einheit darstellen und den Zutritt der Luft zu den Fäden während ihrer Herstellung nicht gestatten.

Nach Lauffs.

251. Dr. A. Lauffs, Düsseldorf. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide und Stapelfaser.

D.R.P. 322 141 Kl. 29 b vom 3. XII. 1918.

Bei der Herstellung von Kunstseide und Stapelfaser ist es bisher noch nicht gelungen, Produkte von vollkommener Gleichmäßigkeit zu erhalten. Es lassen sich vielmehr selbst unter den unter ganz gleichen Bedingungen und gleichzeitig gewonnenen Spinnfäden vielfach sehr erhebliche Unterschiede in der Festigkeit, Elastizität, Porosität, Dehnbarkeit, Glanz usw. feststellen. Wenn nun auch diese Unterschiede meist ohne besondere Hilfsmittel nicht wahrnehmbar sind, so spielen sie doch eine ganz bedeutende Rolle und geben zu mancherlei Übelständen Anlaß. So ist es z. B. fast nie möglich, Waren oder Garne aus Kunstseide oder Stapelfaser ohne weiteres in hellen und empfindlichen Farben auszufärben, weil man fast ausnahmslos sehr ungleiche, wertlose Färbe-

partien erhält. Schon lange ist danach gestrebt worden, die Gleichmäßigkeit der Gespinste zu erhöhen. Besonders ist bei der Herstellung der zu verspinnenden Viskoselösungen nichts unterlassen worden, was die dauernde Gleichmäßigkeit der chemischen Zusammensetzung und des Lösungszustandes verbessern konnte. Diese Bemühungen haben jedoch nicht zu dem gewünschten Erfolge geführt. Vielmehr hat sich ergeben, daß die Ursache der Ungleichmäßigkeit nicht auf Unregelmäßigkeiten in der zu verspinnenden Lösung zurückzuführen ist, sondern auf einstweilen noch sehr wenig erforschte kolloidchemische Vorgänge, die bei der durch das Erstarren der Spinnfäden herbeigeführten Veränderung des Lösungszustandes vor sich gehen. Zweifellos spielt hierbei die zum Fällen der Viskoselösung benutzte Flüssigkeit und die ihr zugesetzten oder zufällig darin enthaltenen Bestandteile eine außerordentlich große Rolle. Nimmt man die Fällung z. B. mit destilliertem Wasser vor, so zeigt das erhaltene Gespinst eine erheblich größere Gleichmäßigkeit, als wenn die Fällung mit gewöhnlichem Leitungs- oder Brunnenwasser geschehen wäre. Andererseits werden aber gerade durch die Verwendung harten Wassers die Eigenschaften der Gespinste auch günstig beeinflußt. Jedoch ist es wieder durchaus nicht gleichgültig, welcher Art die hartmachenden Bestandteile des zu verwendenden Wassers sind.

Versuche haben nun ergeben, daß es hauptsächlich der doppeltkohlensäure Kalk, also im wesentlichen die sog. temporäre Härte des Wassers ist, worauf die Ungleichmäßigkeit der Gespinste zurückgeführt werden muß. Entfernt man die genannte chemische Verbindung aus dem Wasser, so zeigt die verbleibende Kalkmenge eine erheblich weniger nachteilige Wirkung, die sich durch geeignete Zusätze noch weiter herabsetzen läßt. Die Entfernung des doppeltkohlensäuren Kalkes läßt sich auf irgendeine der bereits bekannten Arten, z. B. durch Sodazusatz, durch Kochen, durch Filtration mit Kolonnenapparaten, oder auf mannigfache andere Weise bewirken. Praktisch besonders erfolgreich sind diejenigen Verfahren, bei denen ein Zusatz von Chemikalien vermieden und die Reinigung lediglich auf mechanischem Wege vollzogen wird. Als Zusätze, die geeignet sind, die schädliche Wirkung des noch verbleibenden Kalkes (bleibende Härte) zu mildern, wurden lösliche organische Verbindungen festgestellt. Vor allem kommen die in Fällbädern für Kupfer- oder Viskoseseide bereits benutzten Zuckerarten, Glycerin, lösliche Stärke und ähnliche Stoffe in Betracht. Die günstige Wirkung, selbst bei einer sehr geringen Zusatzmenge von $\frac{1}{100}$ bis $\frac{1}{10}$ %, zeigt sich schon in der nicht unmerklich größeren Intensität der blauen Farbe der benutzten Fällungsflüssigkeit im Kupferoxydammoniakverfahren. Das Kupfer wird also schneller und gründlicher entfernt, als es ohne die genannten Zusätze der Fall ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstseide und Stapelfaser, dadurch gekennzeichnet, daß das zur Fällung zu benutzende Wasser durch Reinigung von einem Teile des Kalkes befreit und die nachteilige Wirkung der noch verbleibenden Kalkmenge durch den Zusatz löslicher organischer Verbindungen gemildert wird.

252. Dr. A. Lauffs, Düsseldorf. Rinnenanordnung für Kunstseidenherstellung.

D.R.P. 345 693 Kl. 29a vom 30. IV. 1920.

Bei der Kunstseidenherstellung werden die von der Spinnmaschine kommenden Fäden durch schräg ansteigende Rinnen geleitet, die nebeneinander an einem hin und her beweglichen Tragbalken befestigt sind, und in denen den Fäden von oben eine Flüssigkeit entgegenströmt. Bei den bekannten Einrichtungen dieser Art sind die Führungsrinnen sowie das Zuleitungsrohr für die Flüssigkeit stets mehr oder weniger freiliegend am Tragbalken befestigt, und jede Rinne ist durch ein besonderes, ebenfalls freiliegendes,

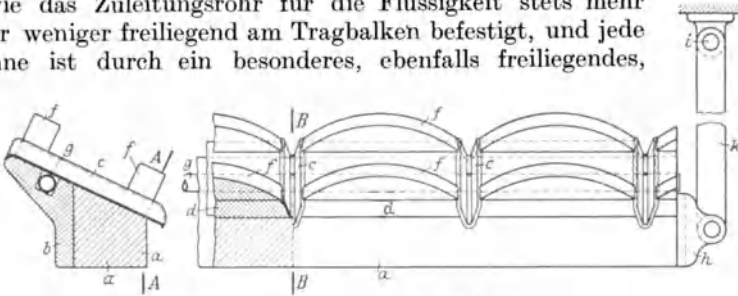


Fig. 182.

Fig. 181.

dünnes Verbindungsröhrchen an das Zuleitungsrohr angeschlossen. Die Folge davon ist eine äußerst leichte Verletzbarkeit dieser meist aus Zelluloid bestehenden Rinnen und Rohre, so daß die ganze Anlage gegen mechanische Beschädigungen sehr empfindlich und leicht Betriebsstörungen ausgesetzt ist.

Dieser Mangel wird gemäß vorliegender Erfindung dadurch vermieden, daß die Führungsrinnen auf dem größten Teil ihrer Länge im Tragbalken eingebettet und unter Vermeidung besonderer Verbindungsrohre unmittelbar an das zweckmäßig ebenfalls eingebettete Zuleitungsrohr angeschlossen sind. Zur Haltung der Rinnen in ihrer Einbettung werden dabei vorteilhaft Bogenstücke benutzt, die gleichzeitig das Einlegen der Fäden in die Rinnen erleichtern und etwa seitlich austretende Fäden wieder selbsttätig in die Rinnen zurückführen. Um trotz der etwa mit dieser neuen Konstruktion verbundenen Gewichtszunahme die für die Hin- und Herbewegung des Tragbalkens erforderliche Kraft gering zu halten, ist der Tragbalken unter Vermeidung der sonst üblichen Schlittenführung zweckmäßig schwingbar angeordnet. Auf diese Weise wird eine äußerst betriebssichere und haltbare sowie trotzdem leicht bewegliche Rinnenanordnung geschaffen, die zugleich eine sichere Führung der Fäden gewährleistet, da ein Verbiegen ausgeschlossen ist. Dazu kommt noch der weitere Vorteil, daß infolge der sicheren Einbettung der Zelluloidteile deren Wandstärke geringer gehalten werden kann als gewöhnlich und damit eine wesentliche Ersparnis an diesem teuren Werkstoff erzielt wird.

Auf der Zeichnung ist der Erfindungsgegenstand in einem Ausführungsbeispiel dargestellt, und zwar zeigen Fig. 181 das eine Ende der Rinnenanordnung in Vorderansicht, teilweise im Schnitt nach A-A der

Fig. 182, Fig. 182 einen Querschnitt der Rinnenanordnung nach *B-B* der Fig. 181. Es sind *a* und *b* zwei Längsbalken, die zusammen den eigentlichen Tragbalken bilden, auf dessen nach vorn schräg geneigter Oberfläche die Führungsrinnen *c* für die Kunstseidenfäden sich befinden. Unterhalb der Rinnen befindet sich an deren höherliegendem Ende in einer entsprechenden Aussparung des Balkens *b* ein durchgehendes Rohr *g*, das als Zuflußleitung für die Behandlungsflüssigkeit dient, und an welches die einzelnen Rinnen unter Freilassung einer kleinen Durchlaßöffnung angeklebt sind. An ihrem oberen Ende sind die Rinnen *c* mit einem umgebördelten Rande versehen, der ein Abrutschen der Rinnen nach unten verhütet und dadurch die Klebstelle entlastet. Außerdem sind zwischen den einzelnen Rinnen Paßstücke *d* auf dem Tragbalken so eingeschoben, daß dadurch die Rinnen seitlich vollständig eingebettet sind. Die oberen Ränder der Rinnen sind etwas nach außen umgebogen, so daß sie etwas über die zu ihrer Einbettung dienenden Paßstücke *d* greifen, und darüber sind zwischen den einzelnen Rinnen Bogenstücke *f* angeordnet, welche sich mit ihren äußeren Enden auf die Rinnenkante stützen und dadurch den Rinnen in ihrer Einbettung einen festen Halt gewähren. Die Bogenstücke *f* dienen außerdem dazu, etwa aus den Rinnen seitlich austretende Fäden selbsttätig wieder in diese zurückzuleiten. Die Paßstücke *d* und Bogenstücke *f* sind durch nicht mitdargestellte Schrauben oder andere geeignete Mittel auswechselbar mit dem Tragbalken verbunden, so daß sie beim Schadhafwerden einer Rinne oder Klebstelle leicht entfernt und die betreffenden Leitungsteile freigelegt werden können, ohne daß die übrigen Teile der Rinnenanordnung dadurch berührt werden. An den Enden des Tragbalkens sind Gelenke *h* angebracht, mittels deren die ganze Einrichtung durch eine Stange *k* an einem festen Gelenk *i* schwingbar aufgehängt ist, so daß dadurch die erforderliche Hin- und Herbewegung in der Längsrichtung des Tragbalkens ohne großen Kraftverbrauch ermöglicht ist. Der Tragbalken, die Paßstücke und Bogenstücke können zweckmäßig aus Holz, gegebenenfalls aber auch aus anderem geeigneten Material bestehen oder mit einem passenden Überzug versehen sein.

Patentansprüche: 1. Rinnenanordnung für Kunstseidenherstellung, dadurch gekennzeichnet, daß die Führungsrinnen (*c*) in den Tragbalken (*a*) eingebettet und ohne besondere Verbindungsteile an das ebenfalls mit eingebettete Zuleitungsrohr (*g*) angeschlossen sind.

2. Rinnenanordnung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die seitlichen Einbettungsteile (*d*) für die Rinnen auswechselbar am Tragbalken befestigt sind.

3. Rinnenanordnung nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch zwischen den einzelnen Rinnen oberhalb derselben angeordnete Bogenstücke (*f*), die das Einlegen der Fäden in die Rinnen erleichtern und mit ihren Enden die Rinnenkante übergreifen und dadurch die Rinnen in ihrer Einbettung festhalten.

4. Rinnenanordnung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Tragbalken in seiner Längsrichtung schwingbar angeordnet ist.

253. Dr. A. Lauffs, Düsseldorf. Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 362 635 Kl. 29a vom 11. VII. 1920.

Die Erfindung bezieht sich auf solche Vorrichtungen zur Herstellung von Kunstseide, bei denen die aus der Spinnvorrichtung austretenden Fäden durch eine querbewegliche Führungsrinne dem Haspel zugeleitet und in der Rinne von einer Behandlungsflüssigkeit bespült werden. Während bei den bekannten Vorrichtungen dieser Art die Führungsrinne nach der Spinnvorrichtung zu geneigt ist und die Behandlungsflüssigkeit dementsprechend im Gegenstrom an den Fäden entlang nach der Spinnvorrichtung abfließt, ist gemäß der Erfindung die Neigung der Rinne so gewählt, daß ein wesentlicher Teil der Behandlungsflüssigkeit die Fäden im Gleichstrom bespült, und die Rinne ist dem Haspel gegenüber so angeordnet, daß die Behandlungsflüssigkeit aus der Rinne auf die jeweils darunter befindlichen Garnlagen des Haspels niederfließt. Durch diese Anordnung wird eine besonders wirksame Behandlung der Fäden mit der Flüssigkeit erzielt und damit die Leistungsfähigkeit der ganzen Vorrichtung gesteigert. Zugleich wird die Güte der Fäden in bezug auf Gleichmäßigkeit wesentlich erhöht. (1 Zeichnung.)

254. Dr. A. Lauffs, Düsseldorf. Streckspinnverfahren zur Herstellung von Kunstseidenfäden.

D.R.P. 388 709 Kl. 29b vom 30. X. 1920; schweiz. P. 102 712.

Bei der bekannten Herstellung von Kunstfäden nach dem Streckspinnverfahren werden die aus der Spindüse austretenden Fäden zunächst durch eine Fällflüssigkeit und im Anschluß daran durch eine Härteflüssigkeit geleitet. Die Behandlung mit der Härteflüssigkeit geschieht dabei in einer Rinne, welche in der Querrichtung hin- und herbewegt wird und dadurch gleichzeitig als Fadenführer zum Aufwickeln auf den dahinterliegenden Haspel dient. Die Streckung der Spinnfäden findet demnach fast ausschließlich in der Fällflüssigkeit statt, während gleich darauf die Fäden unter Durchlaufen eines nur kurzen Luftweges in der Härteflüssigkeit zur Erstarrung gebracht werden.

Die vorliegende Erfindung besteht in der Hauptsache darin, daß der zwischen Einwirkung der Fällflüssigkeit und Härteflüssigkeit von den Fäden durchlaufene Luftweg erheblich und zwar auf mindestens die gleiche oder eine größere Länge ausgedehnt wird, die die Fäden in der Fällflüssigkeit durchwandern. Dadurch wird einerseits die Streckung und die Fadendicke viel gleichmäßiger als bisher, andererseits wird auch eine weit größere Streckung als bisher ermöglicht, ohne daß ein Zerreißen der Fäden eintritt. Die einzelnen Fasern des Bündels werden deshalb viel dünner und glänzender, so daß auch der aus dem Bündel gebildete Gesamtfaden ebenfalls glänzender und geschmeidiger und damit seidenähnlicher wird als bisher. Die Behandlung mit der Härteflüssigkeit geschieht dabei zweckmäßig erst beim oder nach dem Auflaufen des Fadens auf den Haspel, so daß die bisherige komplizierte und

teure Rinnenanordnung überflüssig wird und durch einen ganz einfachen Fadenführer ersetzt werden kann, während die Zuführung der Härteflüssigkeit durch ein Rohr unmittelbar auf die Fadenlagen des Haspels erfolgt. Die Anordnung dieses Rohres kann vorteilhaft so erfolgen, daß es unterhalb des auf den Haspel auflaufenden Fadenstranges liegt, so daß der Faden erst, nachdem er bereits nahezu den ganzen Haspelumfang durchlaufen hat, von dem aus dem Rohr austretenden Härteflüssigkeitsstrahl getroffen wird.

In Fig. 183 ist eine zur Ausübung des Verfahrens dienende Vorrichtung in ihren wesentlichen Teilen schematisch als Ausführungsbeispiel dargestellt. Es ist *a* das Zuführungsrohr für die Spinnflüssigkeit, welche aus der Spinndüse *b* in den die Fällflüssigkeit enthaltenden

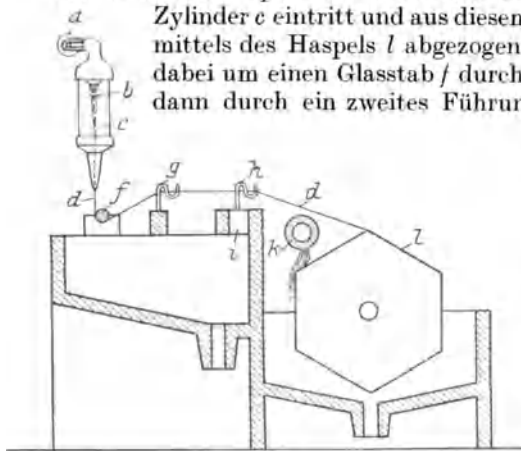


Fig. 183.

Zylinder *c* eintritt und aus diesem in Form eines Fadenbündels *d* mittels des Haspels *l* abgezogen wird. Das Fadenbündel wird dabei um einen Glasstab *f* durch das feste Führungsauge *g* und dann durch ein zweites Führungsauge *h* geleitet, welches auf eine quer zur Fadenrichtung hin- und herbewegten Leiste *i* befestigt ist und dadurch den Faden so führt, daß er sich in der gewünschten Weise (Kreuzwicklung) auf den Haspel aufwickelt. Durch den Zug des Haspels werden die zäh-schleimigen, noch nicht völlig erhärteten Fäden einer starken Streckung unterworfen und zu großer Feinheit ausgezogen, bevor sie mit der Härteflüssigkeit in

Berührung kommen. Zur Zuführung der Härteflüssigkeit ist ein einfaches Rohr *k* vorgesehen, welches oberhalb des Haspels oder unterhalb des auf diesen auflaufenden Fadenbündels angeordnet und mit seitlichen Öffnungen versehen ist, aus dem die Härteflüssigkeit auf die Fadenlagen des Haspels herabfließt. Die Härteflüssigkeit wirkt also erst auf die Fäden ein, nachdem diese vom Haspel aufgenommen sind. — Im Gegensatz zu den bekannten Streckspinnrichtungen, bei denen die Härteflüssigkeit gleich beim Passieren der Fadenführer hinter dem Glasstab *f* auf die Fäden einwirkt, kommt sie bei der vorliegenden Einrichtung erst nach dem Aufwickeln des Fadens auf den Haspel zur Wirkung. Dadurch wird die ungehärtete, unter Streckspannung stehende Fadenlänge ganz erheblich vergrößert und eine viel bessere Ware erzielt, ohne daß die Abmessungen der ganzen Vorrichtungen vergrößert werden. Die Einrichtung wird vielmehr wesentlich einfacher, da die bisherige kostspielige Rinnenanordnung fortfällt. Schließlich ist auch die Art, wie bei der vorliegenden Einrichtung die Härteflüssigkeit mit den Fäden in Berührung gebracht wird, vorteilhafter als in der sonst üblichen Rinne, da bei der vorliegenden Einrichtung die Fäden nicht so plötzlich mit

der gesamten Härteflüssigkeit in Berührung kommen und dadurch ein Zusammenkleben der einzelnen Fasern weniger leicht stattfindet. Die so hergestellten Fäden haben deshalb eine viel geringere Starrheit und zeichnen sich durch weiche und glänzende, seidenähnliche Beschaffenheit aus.

Patentansprüche: 1. Streckspinnverfahren zur Herstellung von Kunstseidenfäden, dadurch gekennzeichnet, daß die unter Streckung stehenden Fäden nach Verlassen der Fällflüssigkeit einen mindestens ebensolangen Luftweg wie in der Fällflüssigkeit durchlaufen, bevor sie mit der Härteflüssigkeit in Berührung gebracht werden.

2. Streckspinnverfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden erst auf dem Haspel mit der Härteflüssigkeit behandelt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Härteflüssigkeit zwischen dem Haspel und dem auf diesem auflaufenden Fadenstrang zugeführt wird.

4. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1—3, dadurch gekennzeichnet, daß an Stelle der sonst üblichen, von der Härteflüssigkeit durchströmten Rinne einfache Fadenführer angeordnet sind.

Nach Wagner und Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges.

255. A. Wagner und Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges., Pirna a. E. Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 357 423 Kl. 29a vom 14. XII. 1920.

Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung werden bekanntlich zwischen Spinntrichter und Aufwickelvorrichtung abgesäuert. Die Vorrichtung besteht aus einer Rinne mit Zufluß der Säure. Form und Stellung der Rinne ist von wesentlichem Einfluß auf die Gleichmäßigkeit des Fadens. Es hat sich gezeigt, daß jede Reibung des feuchten, empfindlichen Fadens von großem Nachteil ist. Der Zweck der Erfindung ist, daß der nasse Faden auch während des Durchlaufens durch die Rinne keiner nennenswerten Reibung ausgesetzt wird. Die muldenförmige Rinne ist auf einem Rohr befestigt, welches durch einen Schlitz an der Befestigungsstelle der Rinne auf dem Rohr die Säure zutreten läßt. Um in der Rinne eine hochfließende Flüssigkeitssäule zu haben, ist am unteren Ende der Rinne, also an dem der Spinnseite zugeneigten Teil, ein Steg angebracht, der die abfließende Flüssigkeit staut.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide mittels einer in der Absäuerungsrinne hochfließenden Flüssigkeitssäule, dadurch gekennzeichnet, daß am unteren, der Spinnseite zugeneigten Teil der Rinne ein die abfließende Flüssigkeit stauender Steg angeordnet ist. (2 Zeichnungen.)

Nach Hoelkenseide G. m. b. H. und Hoelken.

256. Hoelkenseide G. m. b. H., Barmen. Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseidenfäden.

D.R.P. 361 970 Kl. 29a vom 8. II. 1921.

Gegenstand der Erfindung ist eine Vorrichtung zur Herstellung von Kunstfäden, bei welcher an Stelle der sonst üblichen von der Härte-

flüssigkeit durchströmten, querbeweglichen Rinne einfache Fadenführer benutzt werden.

Die Erfindung besteht darin, daß der Fadenführer um eine oberhalb des Fadens quer zu diesem liegende Achse schwingbar gelagert ist. Der Fadenführer kann dabei zweckmäßig die Gestalt eines U oder V besitzen, dessen seitlich abgebogene obere Schenkelenden als Lagerzapfen ausgebildet sind. Durch diese Anordnung wird auf einfache Weise eine gewisse Nachgiebigkeit in der Abzugsrichtung des Fadens und damit eine weitgehende Schonung des noch nicht erhärteten empfindlichen Fadenbündels erzielt, andererseits wird durch diese Ausbildung des Fadenführers auch ein leichtes Herausnehmen und Wiedereinlegen des Fadenbündels in das Auge des Fadenführers ermöglicht. Schließlich wird durch diese Ausbildung noch eine zuverlässige Führung des Fadens

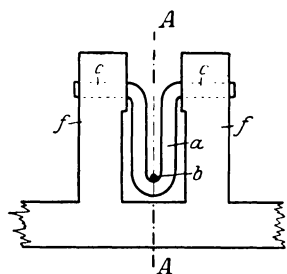


Fig. 184.

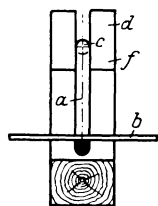


Fig. 185.

bei der bekannten Querbewegung zur Erzielung der gewünschten Kreuzwicklung beim Aufhaspeln des Fadens erreicht. In Fig. 184 ist der Erfindungsgegenstand in Vorderansicht und in Fig. 185 in Seitenansicht im Schnitt nach A-A von Fig. 184 dargestellt.

Es ist *a* der aus einem runden Glasstab oder anderem geeigneten Stoff bestehende eigentliche Fadenführer, welcher in Gestalt eines V oder U gebogen ist und an seinem Grund den noch nicht völlig erhärteten und daher wenig widerstandsfähigen Kunstfaden *b* enthält. Die oberen Schenkelenden *c* des Fadenführers *a* sind seitlich abgebogen und dienen als Lagerzapfen, mittels deren der Fadenführer in den Schlitzen *d* der zu beiden Seiten angeordneten Lagerkörper *f* schwingbar gehalten ist. Das ganze Lagergestell mit dem Fadenführer wird in bekannter Weise quer zur Fadenrichtung hin- und herbewegt, um das Aufwickeln in der gewünschten Kreuzform auf dem Haspel zu bewirken.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseidenfäden (*b*), dadurch gekennzeichnet, daß der an Stelle der sonst üblichen Rinne verwendete Fadenführer (*a*) um eine oberhalb des Fadens quer zu ihm liegende wagerechte Achse (*c*) schwingbar gelagert ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Fadenführer eine V-ähnliche Gestalt besitzt, deren abgebogene Oberschenkelenden als Schwingzapfen dienen.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Fadenführer mit seinen Schwingzapfen in offenen Lagern ruht, aus denen er zwecks Reinigung und Auswechslung herausnehmbar ist.

257. Hoelkenseide G. m. b. H., Barmen. Streckspinnverfahren zur Herstellung von Kunstfäden.

D.R.P. 397 340 Kl. 29b vom 7. III. 1922, Zus. z. D.R.P. 388 709.

Während bei dem im Hauptpatent¹⁾ dargestellten Ausführungsbeispiel der Weg und damit auch die Zeit, welche zwischen dem Verlassen des Spinnzylinders und der Einwirkung der Härteflüssigkeit liegt, auf etwa das Zwei- bis Dreifache der sonst üblichen Ausführung vergrößert ist, wird gemäß der Zusatzerfindung dieser Weg bzw. die Zeit noch weiter um ein Vielfaches vergrößert und dadurch die Einwirkung der Härteflüssigkeit auf den Faden verzögert. Dadurch wird erhöhte Feinheit, Gleichmäßigkeit und Festigkeit des Fadens erzielt.

Diese weitere Verzögerung in der Einwirkung der Härteflüssigkeit auf den Faden kann beispielsweise dadurch erreicht werden, daß der zwischen Spinnzylinder und Haspel liegende Fadenweg weiter verlängert wird und zwar in der Weise, daß der Faden vor dem Auflauf auf den Haspel mehrfach hin- und herbewegt wird, sei es in der Luft oder einem anderen Medium, welches keine wesentliche erstarrende Wirkung auf den Faden ausübt. Auf diese Weise läßt sich leicht eine Vergrößerung des Fadenweges erzielen, ohne daß eine Vergrößerung des Raumbedarfs für die Maschine selbst erforderlich ist. Anstatt durch eine Vergrößerung des Fadenweges kann die erstrebte Verzögerung in der Einwirkung der Härteflüssigkeit auch dadurch bewirkt werden, daß die Fäden nicht schon beim Aufwickeln auf den Haspel fertig mit der Härteflüssigkeit behandelt werden, sondern daß der Haspel zunächst voll mit noch nicht oder doch nur unvollkommen erhärteten Fäden bewickelt, darauf noch einige Zeit, z. B. mehrere Minuten und länger, in diesem Zustande aufbewahrt und dann erst mit der Härteflüssigkeit in Berührung gebracht wird. Schließlich kann die Erhärtung der Fäden auch noch in der Weise verzögert werden, daß man die Härteflüssigkeit, welche bisher beispielsweise aus verdünnter Schwefelsäure von etwa 3,5 Bé = 4% bestand, in einer ganz wesentlich größeren Verdünnung und dafür desto länger auf die Fäden einwirken läßt.

Patentansprüche: 1. Streckspinnverfahren zur Herstellung von Kunstfäden nach Patent 388 709, dadurch gekennzeichnet, daß der zwischen Spinnöse und Einwirkung der Härteflüssigkeit liegende Weg bzw. die Zeit noch weiter um ein Mehrfaches verlängert wird.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zwecks Vergrößerung des Weges der Faden zwischen dem Verlassen des Spinnzylinders und dem Aufwickeln auf den Haspel in mehrfachen Windungen hin- und hergeführt wird.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Vergrößerung der Zeit der Faden ohne vorherige oder gleichzeitige Behandlung mit der Härteflüssigkeit zunächst auf den Haspel fertig aufgewickelt und dann nach Einschaltung einer längeren Zwischenzeit erst mit der Härteflüssigkeit in Berührung gebracht wird.

¹⁾ Siehe S. 241.

4. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die verzögerte Einwirkung der Härteflüssigkeit durch Anwendung derselben in stark verdünntem Zustande noch weiter hinausgeschoben wird.

258. M. Hoelken, Barmen. Vorrichtung zur Herstellung von Fäden.

Brit. P. 211 691 vom 13. II. 1923; Ver. St. Amer. P. 1 493 545.

Bei der Vorrichtung wird mit einer größeren Anzahl Spinnzylinder Kupferoxydammoniakzelluloselösung nach dem Streckspinnverfahren versponnen. Um eine gleichmäßigere und schnellere Bildung feinerer Fäden zu erzielen, wird jedem Spinnkopf die Spinnlösung durch eine besondere Titerpumpe zugeführt. Die Titerpumpen sind über den Spinnköpfen angebracht, die Druckseite der Pumpe ist durch einen Gelenkarm mit dem Spinnkopf verbunden; Anheben des Arms sperrt die Zuführung der Spinnlösung ab. (Zeichnungen.)

259. M. Hoelken, Barmen. Herstellung von Fäden aus ammoniakalischer Kupferoxydzelluloselösung, Vorrichtung zur Erzeugung von Fäden.

Brit. P. 212 068 vom 13. II. 1923; Ver. St. Amer. P. 1 494 841 vom 20. V. 1924.

Das Bündel verhältnismäßig dicker Fäden, welches die Koagulierflüssigkeit verläßt, wird eine Strecke durch die Luft geleitet, die mindestens so lang, vorzugsweise mehrmals so lang ist wie die Strecke im Fällbad. Zwischen beiden Wegen ist ein Glasstab eingeschaltet, der ein Ausziehen der Fäden bewirkt. Nachdem das Fadenbündel unter dem Glasstab durchgegangen ist, geht es durch zwei Fadenführer, von denen der letzte hin und her geht, und gelangt dann auf einen Haspel, auf welchem es mit einer härtenden Flüssigkeit bespritzt wird. Um das erforderliche Ausziehen der Fäden zu erzielen, ist die Umfangsgeschwindigkeit des Haspels erheblich größer als die, mit welcher die Fäden in die Fällflüssigkeit gelangen. Der Durchmesser des Haspels ist mindestens so groß wie die Strecke, die der Faden in der Fällflüssigkeit durchläuft. Die Spritzvorrichtung, welche die Härteflüssigkeit aufträgt, befindet sich zwischen Haspel und auflaufendem Faden. (Zeichnungen.)

260. Dr. M. Hoelken, Barmen-R. Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 411 333 Kl. 29a vom 25. VI. 1924; Brit. P. 236 211.

Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide, insbesondere aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung, wobei die aus der Spinnbrause austretenden Fäden zunächst durch eine Fällflüssigkeit und dann durch eine Härteflüssigkeit geführt werden. Bei den bekannten Vorrichtungen dieser Art findet die Behandlung der Fäden mit Härteflüssigkeit gewöhnlich in einer von letzterer durchströmten Rinne statt, welche gleichzeitig als Fadenführer für den Haspel ausgebildet ist. Diese Einrichtung besitzt jedoch einen verhältnismäßig

hohen Verbrauch an Härteflüssigkeit und arbeitet infolgedessen oft unwirtschaftlich, außerdem ist die durch die Fadenführung bedingte quere bewegliche Ausbildung der Rinne mit der Flüssigkeitszuführung nur schwer dauerhaft herzustellen. Schließlich ist auch eine gleichmäßige Verteilung der Flüssigkeitsmenge auf die einzelnen Rinnen dabei unmöglich.

Gemäß der Erfindung soll dieser Mangel nun dadurch vermieden werden, daß für die Härteflüssigkeit ein in seinen Wandungen mit oben offenen, schmalen Schlitzten versehener Trog vorgesehen ist und die Fäden durch diese Schlitzte hindurch in die im Trog befindliche Härteflüssigkeit eingeführt und wieder aus dieser herausgeführt werden. Diese Schlitzte, welche in ihrem unteren Teil zweckmäßig nur etwa eine Breite von weniger als 1 mm besitzen, lassen nur sehr wenig Härteflüssigkeit abfließen, andererseits wirken die schmalen Schlitzte an der Eintrittsstelle des Fadens in den Trog als Abstreifer oder Wächter, welche etwaige den noch nicht völlig erhärteten Fäden anhaftende Verdickungen oder Knötchen abstreifen und damit von vornherein entfernen, die bisher bei der Verarbeitung der Kunstseide auf Textilmaschinen sehr störend empfunden wurden. Um die Breite der Durchtrittsschlitzte mit der genügenden Genauigkeit und Dauerhaftigkeit ausführen zu können, empfiehlt es sich, die Schlitzränder mit säurebeständigem Stahlblech einzulegen und dadurch zugleich gegen mechanische und chemische Einflüsse widerstandsfähig zu machen. Die Verwendung von säurefestem Stahl für die Schlitzränder ermöglicht es ferner, die Schlitzte ganz besonders eng zu machen und dadurch den Verbrauch an Säure gering zu halten, während andererseits infolge der erzielbaren Genauigkeit in der Schlitzbreite auch die Behandlung der Fäden mit Härteflüssigkeit für alle Fäden genau gleichmäßig ausfällt. Der die Härteflüssigkeit enthaltende Trog selbst kann zweckmäßig aus Bleiblech oder einem ähnlichen billigeren, aber doch säurefesten Stoff bestehen. Im Gegensatz zu den bisherigen zur Härtebehandlung und gleichzeitig als Fadenführer dienenden Rinne ist der Säuretrog vorteilhaft nicht beweglich, sondern ortsfest angeordnet und ein besonderer querbeweglicher Fadenführer vorgesehen. Dabei empfiehlt es sich, im Interesse einer gedrungeneren Bauart und besseren Zugänglichkeit der Spinnbrause den Fadenführer nicht wie bisher seitlich neben dem Haspel, sondern über diesem anzuordnen und schwenkbar oder auf andere Weise leicht entfernbar zu machen, um das Auswechseln des darunter befindlichen Haspels zu ermöglichen.

Fig. 186 zeigt einen Querschnitt durch die Spinnvorrichtung in Seitenansicht und Fig. 187 eine Vorderansicht der nur teilweise dargestellten Spinnvorrichtung. *a* ist der die Fällflüssigkeit enthaltende Spinnzylinder, an dessen unterem Ende das entstehende Fadenbündel *b* zugleich mit einem Teil der Fällflüssigkeit austritt, und wobei das Fadenbündel *b* unter einem Führungsstab *c* hindurch sowie über den querbeweglichen Fadenführer *d* auf den Haspel *f* geleitet wird. Die Fadenführer *d* sind in bekannter Weise aus U-förmig gekrümmten und mit ihren oberen Enden schwingbar aufgehängten Stäbchen gebildet, die

aus Glas oder zweckmäßig auch aus säurefestem Stahl bestehen können und von einer gemeinsamen Stange *s* getragen sind. Sie ist in Abschnitten des am Maschinengestell befestigten Trägers *t* verschiebbar gehalten und kann zwecks Erzielung der Kreuzwirkung in üblicher Weise quer zu den Fäden *b* hin- und herbewegt werden. Zwischen dem festen Führungsstab und dem querbeweglichen Fadenführer *d* befindet sich das

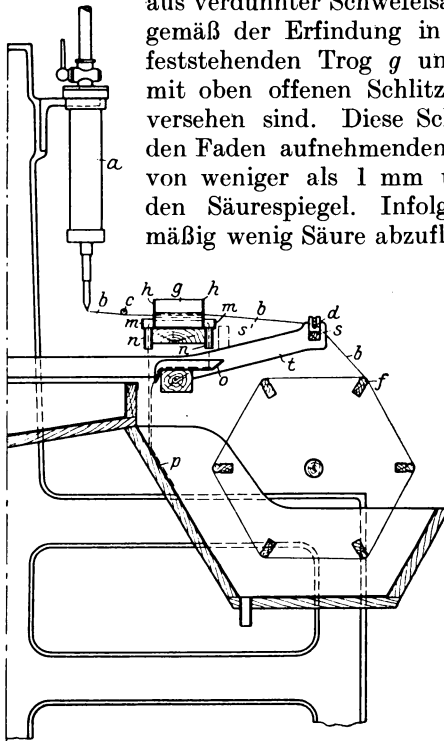


Fig. 186.

aus verdünnter Schwefelsäure bestehende Härtebad. Es ist gemäß der Erfindung in einem aus Bleiblech gebildeten feststehenden Trog *g* untergebracht, dessen Seitenwände mit oben offenen Schlitten *h* zum Durchtritt der Fäden versehen sind. Diese Schlitten besitzen in ihren unteren, den Faden aufnehmenden Teil nur eine sehr geringe Breite von weniger als 1 mm und reichen bis etwa 1 cm unter den Säurespiegel. Infolgedessen vermag nur verhältnismäßig wenig Säure abzufließen, so daß der Verbrauch ganz wesentlich geringer ist als bei der bisherigen Behandlung in Rinnen, während andererseits der Faden beim Durchlaufen des Trogs vollständig von Säure umgeben ist und genügend von dieser beeinflußt werden kann. Die Durchtrittsschlitten *h* sind an ihrem oberen Ende, d. h. oberhalb des Flüssigkeitsspiegels, stark verbreitert, um das Einlegen der Fäden zu erleichtern, und an den Stellen, wo sich die Schlitten befinden, ist in die Trogwand je ein den Schlitz enthaltender Streifen *k* aus säurebeständigem Stahlblech eingesetzt, welcher zugleich die genügende mechanische Haltbarkeit und Genauigkeit der nur geringen Schlitzbreite gewährleistet. Die Zuführung der Härteflüssigkeit in die Rinne und der laufende Ersatz kann in bekannter Weise durch eine nicht mit dargestellte Leitung erfolgen, welche zweckmäßig mit einem Schwimmerventil oder einer ähnlichen Regelungsvorrichtung versehen ist. Eine gewisse, selbsttätige Regelung erfolgt aber schon dadurch, daß bei steigender Flüssigkeit im Säuretrog *h* auch der Abfluß aus den Durchtrittsschlitten entsprechend größer wird. Der Säuretrog *g* ist von einem kräftigen Balken getragen, und zu beiden Seiten des Trogs ist unterhalb der Schlitzöffnungen quer zur Stabrichtung je eine durchgehende Sammelrinne *m* für die ausfließende Härteflüssigkeit angeordnet, durch welche letztere je zu einem gemeinsamen Abflußrohr *n* und schließlich durch dieses abgeleitet wird. Unterhalb des auf der Haspelseite liegenden Abflußrohres *n* ist dabei noch eine weitere Leit-

rinne *o* vorgesehen, welche die beiden Flüssigkeitsstrahlen der Rohre *n* vereinigt und nach unten auf die schräge Fläche des Haspeltrogs *p* leitet. Durch diese sorgfältige Sammlung und Führung der abfließenden Härteflüssigkeit wird Zerspritzen und Verlust in hohem Maße vermieden und zugleich ein sauberer Betrieb ermöglicht. Um eine gedrungene Bauart zu erzielen und von außen bequem an die Spinnzylinder reichen zu können, ist der verhältnismäßig große Haspel *f* nicht, wie sonst üblich, seitlich neben dem Fadenführer *d* gelagert, sondern unterhalb, und die Fadenführerstange *s* ist in den Ausschnitten des Trogs *t* nur lose gehalten, so daß sie leicht nach oben herausgehoben und nach hinten zurückgelegt werden kann, um das Herausnehmen des vollen Haspels zu erleichtern. Anstatt daß die Fadenführerstange *s* lose zurücklegbar ist, könnte sie zum gleichen Zweck natürlich gegebenenfalls auch verschiebbar gehalten sein.

Patentansprüche:

1. Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide, bei der die aus der Spinnbrause austretenden Fäden zunächst durch eine Fällflüssigkeit und dann durch eine Härteflüssigkeit hindurch zur Aufwickelvorrichtung geführt sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Härteflüssigkeit sich in einem Trog (*g*) mit in dessen Seitenwandungen angeordneten oben offenen schmalen Schlitzfenstern (*h*) befindet, welche als Durchtritt für die Fäden und Ausflußöffnungen für die Härteflüssigkeit dienen.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Durchtrittsschlitzfenster (*h*) unterhalb des Flüssigkeitsspiegels nur eine sehr geringe Breite besitzen, während sie am oberen Ende stark erweitert sind.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Schlitzfenster aus säurebeständigem Stahl bestehen, während der Trog selbst aus Blei oder ähnlichem weniger festen säurebeständigem Werkstoff gebildet ist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Säuretrog ortsfest angeordnet und daneben ein besonderer querbeweglicher Fadenführer (*d*) zum Aufleiten der Fäden auf den die Aufwickelvorrichtung bildenden Haspel (*f*) vorgesehen ist.

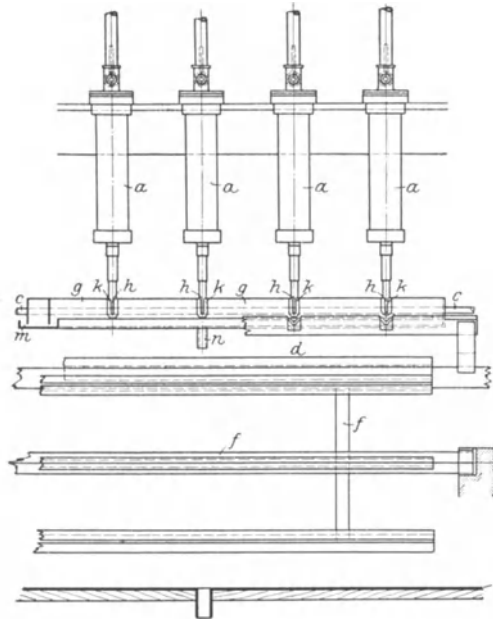


Fig. 187.

5. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Fadenführer oberhalb des Haspels derart angeordnet ist, daß er zwecks Auswechslung des Haspels jeweils leicht aus dessen Bereich entfernbar ist.

261. M. Hoelken jun., Barmen. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide nach dem Streckspinnverfahren.

Schweiz. P. 102 714 vom 19. II. 1923.

Zur Erzielung möglichst gleichmäßiger Ware in den stets in einer größeren Anzahl nebeneinander angeordneten Spinnvorrichtungen pflegt man sowohl die Speisung mit Zelluloselösung, als auch die Speisung mit Fällflüssigkeit aus je einem für eine größere Anzahl von Spinnvorrichtungen gemeinsamen Behälter vorzunehmen. Trotz scheinbar genau geregelten Druckes der Fällflüssigkeit tritt der gewünschte Erfolg aber nicht ein, vielmehr fallen die von den verschiedenen, gemeinsam mit Fällflüssigkeit gespeisten Spinnvorrichtungen gelieferten Fäden immer noch ungleichmäßig aus. Und zwar zeigt es sich, daß das Lösungsmittel, z. B. Kupferoxydammoniak, in einzelnen Spinnvorrichtungen noch unvollständig entfernt und die Zellulose unvollkommen ausgefällt wird, während in andern Spinnvorrichtungen die Fällflüssigkeit schon zu stark einwirkt, so daß die Fäden angegriffen werden. Der Erfinder glaubt dies darauf zurückführen zu müssen, daß infolge der verschiedenen Widerstände in den Zu- und Ableitungen der einzelnen Spinnvorrichtungen oder aus andern, den Durchfluß der Fällflüssigkeit durch die einzelnen Spinnvorrichtungen beeinflussenden Umständen im gleichen Zeitraum durch die eine Spinnvorrichtung eine größere, durch die andere Spinnvorrichtung dagegen eine geringere Menge von Fällflüssigkeit fließt.

Zur Beseitigung dieses Mangels wird eine Mehrzahl von Spinnvorrichtungen nicht nur aus einem gemeinsamen Behälter mit Fällflüssigkeit gespeist, sondern es wird außerdem noch jeder Spinnvorrichtung die Fällflüssigkeit in genau abgemessener, bei sämtlichen Spinnvorrichtungen übereinstimmender Menge zugeteilt. Dies kann in der Weise geschehen, daß jeder Spinnvorrichtung die aus einem gemeinsamen Behälter gelieferte Fällflüssigkeit durch eine besondere Pumpe von genau bestimmbarer, regelbarer Förderleistung zugeführt wird und dabei die Förderleistungen sämtlicher Pumpen genau übereinstimmend eingestellt werden, indem die zum Beispiel als Zahnrادpumpen ausgebildeten Pumpen sämtlich mit gleicher Drehzahl angetrieben werden.

Auf der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel einer Einrichtung zur Ausführung des neuen Verfahrens schematisch dargestellt, und zwar zeigt Fig. 188 mehrere nebeneinander angeordnete Spinnvorrichtungen, teilweise in Vorderansicht, teilweise im senkrechten Achsenschnitt, sowie den zugehörigen Behälter für die Fällflüssigkeit im senkrechten Längsschnitt, Fig. 189 einen Längsschnitt durch eine der Pumpen der Fig. 188. 1, 2, 3 sind mehrere nebeneinander angeordnete Spinnvorrichtungen, welche je eine Spinnbrause *a* mit Zuführungsrohr *b*

für die Zelluloselösung besitzen. Die Spinnbrausen *a, a* sind je am oberen Ende eines Glaszylinders *c* angeordnet, in dem ein nach unten sich verengender Glastrichter *d* sich befindet, der dazu dient, die aus der Spinnbrause *a* austretenden Fäden gemeinsam mit einer Fällflüssigkeit nach abwärts zu führen. Die Fällflüssigkeit wird am Boden des Zylinders *c* durch ein Rohr *f* eingeführt, sie steigt im Zylinder empor und tritt oben über den Rand des Trichters *d* in diesen ein, um dann mit zunehmender Geschwindigkeit nach abwärts zu fließen, wobei die Flüssigkeit das Fadenbündel mitnimmt, aus dem sie gleichzeitig das Lösungsmittel ausfällt. Die aus den Spinnbrausen *a, a* austretenden Fäden sind, wie bekannt, verhältnismäßig dick, sie werden auf ihrem Wege durch die Fällflüssigkeit, sowie gegebenenfalls auf einem sich daran anschließenden Wege durch die Luft durch mechanische Streckung auf die verlangte Feinheit ausgezogen, dann durch Behandlung mit einer Härteflüssigkeit zum Erstarren gebracht und schließlich nach oder auch schon während der Behandlung mit Härteflüssigkeit aufgewickelt. Die Streckung der Fäden wird meist durch den Zug der Aufwickelvorrichtung bewirkt und gegebenenfalls durch die in der Abzugrichtung fließende Fällflüssigkeit unterstützt. Die in einer größeren Anzahl nebeneinander angeordneten Spinnvorrichtungen werden sämtlich aus einem gemeinsamen, oberhalb der Vorrichtungen angeordneten Fällflüssigkeitsbehälter *g* gespeist. Da-

Fig. 188.

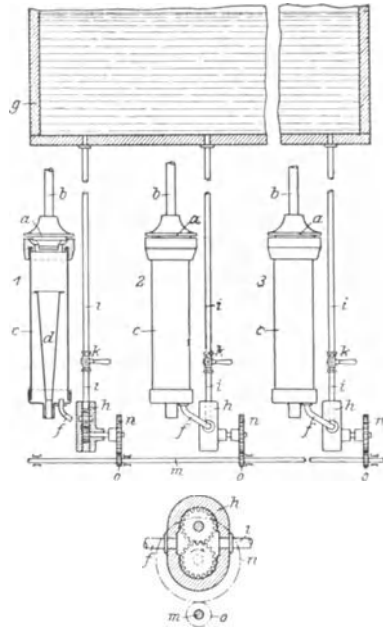


Fig. 189.

bei wird jeder Spinnvorrichtung die Fällflüssigkeit durch eine besondere Zahnradpumpe *h* bekannter Bauart zugeteilt, die auf der Saugseite durch ein Rohr *i* mit dem gemeinsamen Behälter *g*, auf der Druckseite durch das bereits erwähnte Rohr *f* mit dem Glaszylinder *c* der zugehörigen Spinnvorrichtung *1, 2, 3* verbunden ist. In die Rohre *i* sind zweckmäßig Absperrorgane *k, k* eingeschaltet, um im Bedarfsfalle die eine oder andere Spinnvorrichtung ausschalten zu können. Die Zahnradpumpen *h, h* besitzen sämtlich die gleichen Abmessungen und infolgedessen unabhängig vom Druck in ihren Speiseleitungen *i, i*, genau übereinstimmende Förderleistungen. Die Zahnradpumpen werden durch eine gemeinsame Welle *m* angetrieben, mit der sie durch Zahnradpaare *n, o* gekuppelt sind, die bei sämtlichen Pumpen genau dasselbe Übersetzungsverhältnis besitzen, so daß sämtliche Pumpen mit genau übereinstimmender Drehzahl angetrieben

werden. Dadurch ist erreicht, daß sämtlichen aus dem gemeinsamen Hochbehälter g gespeisten Spinnvorrichtungen 1, 2, 3 usw. genau übereinstimmende Mengen von Fällflüssigkeit zugeteilt werden, so daß durch den Trichter d jeder Spinnvorrichtung in einem gegebenen Zeitraum genau die gleiche Menge Fällflüssigkeit fließt. Die den Spinnvorrichtungen zugeteilten Mengen von Fällflüssigkeit können dabei durch Regelung der Drehzahl der Antriebswelle m , was mittelst eines geeigneten Zahn- oder Reibräderwechselgetriebes bekannter Art geschehen kann, für sämtliche Spinnvorrichtungen gemeinsam und somit genau übereinstimmend so geregelt werden, wie es der Zusammensetzung der Zelluloselösung oder dem gewünschten Grade der Ausfällung der Zellulose entspricht.

Nach „Cuprum“ Akt.-Ges.

262. „Cuprum“ Aktiengesellschaft, Glarus, Schweiz. Spinnvorrichtung zur Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 408 447 Kl. 29a vom 2. XII. 1923 (Prior. Schweiz 26. XI. 1923); Ver. St. Amer. P. 1 549 364 vom 11. VIII. 1925, angem. 1. IV. 1924 (H. Kempf und A. Hartmann); brit. P. 225 525; franz. P. 589 026.

Es sind Spinnapparate zur Herstellung von Kunstseide nach dem Streckspinnverfahren bekannt, bei denen in einem Zylinder ein konischer Trichter sitzt. Die Fällflüssigkeit wird am Boden des Zylinders eingeführt, steigt in ihm hoch, um dann in den konischen Trichter abzufließen und den Faden mitzuziehen.¹⁾ Diese bekannte Einrichtung hatte den Vorteil, daß im Anfang die Strömung der Fällflüssigkeit verhältnismäßig langsam ist und erst von dem Augenblick an, wo sie in den eingesetzten konischen Trichter eintritt, zunehmend rascher wird. Ein Nachteil der bekannten Einrichtung besteht aber darin, daß der Übertritt nicht immer ganz gleichmäßig erfolgt, oft etwas einseitig, so daß die aus der Spinnbrause austretenden Fädenbündel vielfach auf die Seite gedrückt werden, wodurch leicht Fehler im Spinnvorgang entstehen. Diese Nachteile soll der Spinnapparat gemäß Erfindung mit zylindrischem oberen und trichterförmigem unteren Teil dadurch beseitigen, ohne der Vorteile der bekannten Einrichtung verlustig zu gehen, daß die Zuführung der Fällflüssigkeit durch einen Ringkanal erfolgt, der, ein Stück unterhalb des oberen Randes des konischen Trichters liegend, diesen trägt sowie den oberen zylindrischen Teil unten abschließt. Durch die Art der Zuführung der Fällflüssigkeit wird eine außerordentliche gleichmäßige Strömung erzielt. Bei den bekannten Apparaten sollte der lange Zylinder insbesondere dazu dienen, die Bewegung der am Boden einströmenden Flüssigkeit möglichst gleichmäßig zu gestalten und sie so zu mäßigen, daß sie beim Übertritt in den konischen Trichter von allen Seiten gleichmäßig über dessen Rand einfließt. Bei der neuen Vorrichtung ist es nun möglich geworden, ein ganz kurzes zylindrisches Stück zu verwenden, wodurch die Vorrichtungen wesentlich handlicher und auch weniger zerbrechlich werden.

¹⁾ Siehe S. 210 u. 223.

Durch die Anordnung gemäß Erfindung findet längs des oberen Randes des konischen Trichters nur noch eine langsam aufsteigende Bewegung der Fällflüssigkeit statt, welche nun außerordentlich gleichmäßig von allen Seiten oben in den konischen Trichter übertritt.

Fig. 190 zeigt den Erfindungsgegenstand im axialen Längsschnitt. Die von unten durch ein Rohr *d* eingeführte Fällflüssigkeit tritt in einen Hohlring *c* ein und stößt gegen seine obere innere Fläche, verteilt sich in diesem gleichmäßig und tritt alsdann durch ringförmige Zwischenräume *f* und *g* in einen Zylinder *b*, von wo sie vollkommen gleichmäßig am ganzen Umfange der oberen Öffnung eines konischen Trichters *e* in diesen übertritt und dann durch ein Abflußrohr *t* am unteren Ende des Trichters abfließt. Ein Zufluß frischer Fällflüssigkeit von oben her in den Zylinder *b* ist nicht notwendig, denn durch die aufwärts gerichtete Strömung der Fällflüssigkeit durch den ringförmigen Zwischenraum *g* fließt nicht nur allein die Fällflüssigkeit durch den konischen Trichter ab, sondern ein kleiner Teil davon steigt auch im Zylinder *b* an der Wandung in die Höhe und verdrängt langsam einen Teil der darin enthaltenen Fällflüssigkeit, welche aus den durchgezogenen Fäden schon Lösungsmittel aufgenommen hat. Diese Verdrängung der Fällflüssigkeit im Zylinder *b* des Spinnapparates oder die Erneuerung der Fällflüssigkeit ist notwendig, weil sie aus den Fäden das Lösungsmittel der Zellose aufnimmt und bei zu starker Anreicherung der Fällflüssigkeit mit dem Lösungsmittel die Fällung und Erstarrung der Fäden verhindern würde. Unterstützt wird die Fällflüssigkeitserneuerung in dem Zylinder noch dadurch, daß das Fadenbündel stets Fällflüssigkeit mit nach unten reißt, welche durch solche von unten her aus dem Zwischenraum *g* kommende ersetzt werden muß. Die Bewegung der Fällflüssigkeit im Zylinder *b* ist nun aber außerordentlich gering gegenüber derjenigen in dem konischen Trichter *e*, und dies ist notwendig, weil sonst das Ausziehen der Fäden zu rasch verläuft, wobei die Fäden nicht genügend Zeit haben, zu erstarren. Sie würden daher, weil sie nicht genügend Fertigkeit haben, zerrissen werden.

Patentanspruch: Spinnvorrichtung zur Herstellung von Kunstseide mit zylindrischem oberen und trichterförmigem unteren Teil, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuführung der Fällflüssigkeit durch einen Ringkanal (*c*) erfolgt, der, ein Stück unterhalb des oberen Randes des konischen Trichters (*e*) liegend, diesen trägt sowie den oberen zylindrischen Teil (*b*) unten abschließt.

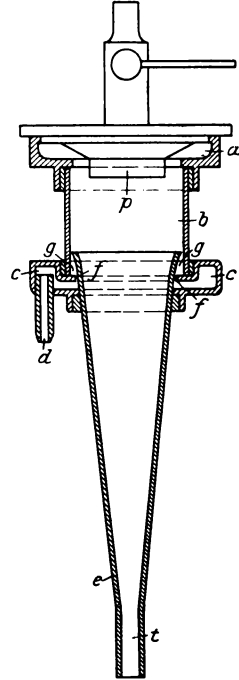


Fig. 190.

Vorbereitung von Zellulose für das Auflösen in Kupferoxydammoniaklösung.

Die in Kupferoxydammoniakflüssigkeit aufzulösende Zellulose bedarf der Vorbehandlung. Diese ist in folgenden Patenten beschrieben:

Nach Fremery und Urban.

263. Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch, Station Dremmen. Vorbereitung der Zellulose zwecks direkter Auflösung.

D.R.P. 111 313 Kl. 29 b vom 17. III. 1899 (gelöscht); brit. P. 6557¹⁸⁹⁹; österr. P. 3636 Kl. 29; Ver. St. Amer. P. 657 818; franz. P. 286 925.

Versuche haben ergeben, daß die Zellulose in Form von entfetteter Baumwolle, ferner Zellulosehydrat, wie es erzeugt werden kann, z. B. durch Pergamentieren von Zellulose in Schwefelsäure von 59° Bé in der Kälte oder durch Ausfällen geringprozentiger Lösungen von Zellulose in Chlorzink oder Kupferoxydammoniak, auch Hydrozellulose, wie sie z. B. nach den bekannten Girardschen Verfahren (Ber. d. Deutsch. Chem. Ges. Bd. 9, S. 65) leicht erzeugt wird, der Einwirkung von direkten Lösungsmitteln, wie Kupferoxydammoniak oder Chlorzink, weit zugänglicher wird, d. h. daß die Lösung rasch und leicht erfolgt und bei Anwendung der entsprechenden Menge Kupfer und Ammoniak fast zu einem doppelt so hohen Prozentsatz als sonst führt, wenn die Zellulose oder deren genannte Derivate einer vorgängigen energischen Behandlung mit oxydierenden oder reduzierenden Bleichmitteln unterworfen sind. Als Bleichmittel können schweflige Salze oder Chlor als Hypochlorit, in wäßriger Lösung naszierendes Chlor oder Chlorwasser in Anwendung kommen. Die Konzentration des Bleichmittels und die Dauer seiner Einwirkung richtet sich in jedem Falle nach der besonderen Art des verwendeten Zellulosematerials. Während z. B. eine verhältnismäßig schwache Bleiche bei Baumwolle bereits den gewünschten Effekt hervorruft, bedarf Ramiefaser einer kräftigeren Behandlung, noch höherprozentig muß die Bleichflüssigkeit bei Holzstoffzellulose sein, um den gewünschten Effekt zu erzielen, in jedem Falle aber muß die Behandlung energischer sein, als dies zu anderen Zwecken üblich ist.

Käufliche entfettete Baumwolle, z. B. Verbandwatte, löst sich nur zu etwa 4% in Kupferoxydammoniak oder Chlorzink. Die Lösung erfolgt auch nur sehr langsam. Derselbe Ausgangsstoff, während längerer Zeit, z. B. 18 Stunden, in einer Bleichflüssigkeit belassen, deren Konzentration etwa 18 g Chlorkalk im Liter entspricht, löst sich nach dem Waschen und Trocknen bis zu etwa 8% und in wenigen Stunden in Kupferoxydammoniak. Wird die Bleichung noch energischer vorgenommen, so entsteht beispielsweise bei dem Auflösen in Kupferoxydammoniak nicht mehr eine zähe, viskose Masse, sondern ein dünnflüssiges Produkt, welches zur technischen Weiterverarbeitung von Zelluloselösungen, z. B. auf Kunstseide, nicht mehr geeignet ist, indem es der nötigen Spinnbarkeit ermangelt und nur Fäden von geringem Glanze und geringer Festigkeit liefert.

Patentanspruch: Verfahren, die Löslichkeit von Zellulose, von Zellulosehydrat oder von Hydrozellulose in direkten Lösungsmitteln, wie Kupferoxydammoniak oder Chlorzink, zu erhöhen, dadurch gekennzeichnet, daß man vor Einwirkung des direkten Lösungsmittels obige Materialien einer energischen Vorbehandlung mit oxydierenden oder reduzierenden Bleichmitteln unterwirft.

Nach Fremery, Urban und Bronnert.

264. Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch, und Dr. E. Bronnert, Mülhausen i. Els. Verfahren zur Überführung der Zellulose in eine in Kupferoxydammoniak besonders leicht lösliche Form.

D.R.P. 119 098 Kl. 29b vom 9. V. 1899 (gelöscht); österr. P. 8596; brit. P. 13 300¹⁸⁹⁹; franz. P. 292 988; Ver. St. Amer. P. 646 351.

Das Verfahren schließt sich eng an das des eben erwähnten Patentes 111 313 an und ist aus dem Patentanspruch deutlich zu erkennen.

Patentanspruch: Verfahren zur Überführung von Zellulose irgendwelcher Art in eine in Kupferoxydammoniak besonders leicht lösliche Form, dadurch gekennzeichnet, daß die genannten Stoffe bei niedriger Temperatur mit konzentrierten Ätzalkalien einer gründlichen Hydratierung unterworfen werden und nachher in üblicher Weise durch kurze Einwirkung verhältnismäßig verdünnter Bleichflüssigkeiten gebleicht, ausgewaschen, abgeschleudert und ohne vorheriges Trocknen in dieser hydratisierten aufgeschlossenen Form in Auflösung gebracht werden, am besten unter Beobachtung molekularer Verhältnisse zwischen Kupfer und Zellulose.

265. Dr. E. Bronnert, Mülhausen i. Els., Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch. Verfahren zur Überführung der Zellulose in eine in Kupferoxydammoniak besonders leicht lösliche Form.

D.R.P. 119 099 Kl. 29b vom 13. V. 1899 (gelöscht), Zus. z. D.R.P. 119 098; brit. P. 18 884¹⁸⁹⁹; österr. P. 8596.

In welcher Weise das Verfahren des Hauptpatentes (s. vorstehend) abgeändert wird, geht deutlich aus dem Patentanspruch hervor.

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens des Hauptpatentes 119 098, darin bestehend, daß die Auflösung der Zellulose in Kupferoxydammoniak behufs Herstellung von spinnbaren Lösungen derart geschieht, daß die Zellulose vorerst durch Behandeln mit schwacher Alkalilösung entfettet, dann unter Vermeidung von Oxydation schwach gebleicht, hierauf mit kalter konzentrierter Alkalilauge gründlich mercerisiert, schließlich mit viel Wasser gewaschen, abgeschleudert und dann sofort ohne vorheriges Trocknen in Kupferoxydammoniak von entsprechend hohem Kupfergehalt zur Lösung gebracht wird.

Nach Foltzer.

266. J. Foltzer. Vorbereitung von Zellulose für die Herstellung von Kunstseidefäden.

Franz. P. 345 687.

Um Zellulose zu erhalten, die sich in weniger als 24 Stunden in der Kälte zu 8–10% in direkten Lösungsmitteln, wie Kupferoxydammoniak-

oder Chlorzinklösung, auflöst, behandelt man 100 kg Baumwolle mit 1000 l einer Lösung, die 30 kg Natriumkarbonat und 50 kg Ätznatron enthält. Die Baumwolle befindet sich in einem geschlossenen Behälter zwischen gelochten Blechen, und die auf 119° C erhitzte Lösung wird mittels einer Pumpe im Kreislauf unter einem Druck von $\frac{1}{2}$ Atmosphäre durch die Baumwolle durchgetrieben. Besondere Wärmvorrichtungen halten die Lösung auf konstanter Temperatur. Nach 4 Stunden ist die Einwirkung beendet. Die Einwirkung der Lösung ist schneller, wenn das zu behandelnde Material einen Feuchtigkeitsgehalt von mindestens 12–15% hat.

Nach Crumière.

267. E. Crumière, Paris. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Kupferoxydammoniaklösungen.

D.R.P. 187 263 Kl. 29 b vom 13. XII. 1905 (gelöscht); franz. P. 361 048, mit Zus. 6629; brit. P. 22 422¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 908 754.

Man hat versucht, durch Einwirkung von Oxydationsmitteln auf die Zellulose deren Löslichkeit in Kupferoxydammoniak zu erhöhen. Nach vorliegendem Verfahren wird nun Ozon oder ozonisierte Luft als Oxydationsmittel verwendet, und zwar in der Weise, daß man die Zellulose in einem Bad von Soda- oder Pottaschelösung der Wirkung eines durch die Lösung hindurchgehenden Stromes von Ozon oder ozonisierter Luft aussetzt. Die so vorbereitete Baumwolle oder Zellulose löst sich in Kupferoxydammoniak schnell und in bedeutender Menge auf. Die Lösung ist durchaus gleichmäßig, ebenso der gebildete Faden, der außerdem große Festigkeit und Elastizität besitzt.

Man stellt z. B. eine Lösung von Soda in Wasser her (15–20 l auf 1 kg Baumwolle) und läßt während einer Dauer von 5 Minuten einen Strom von Ozon oder ozonisierter Luft hindurchgehen, hierauf bringt man die Baumwolle in die ozonisierte kaustische Sodalösung, läßt weiter während etwa 30 Minuten Ozon hindurchströmen und hält während der ganzen Zeit die Masse in Bewegung. Dann unterbricht man die Ozonzuführung und kocht das Ganze ungefähr 30 Minuten lang. Die so vorbereitete Baumwolle wird noch gewaschen und getrocknet. Sie ist dann fertig für die Auflösung zwecks Herstellung künstlicher Seide.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Kupferoxydammoniaklösungen od. dgl. von Baumwolle, Ramie oder anderen Faserstoffen, welche vor der Auflösung mit Oxydationsmitteln behandelt werden, dadurch gekennzeichnet, daß als Oxydationsmittel Ozon in Gegenwart alkalischer Flüssigkeiten, wie Soda oder Pottasche, verwendet wird.

2. Eine Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zu behandelnden Faserstoffe in ein Bad von Soda oder Pottasche getaucht werden, durch welches ein Strom von Ozon oder ozonisierter Luft geleitet wird.

Nach mehreren der Auslandspatente findet die Auflösung der Zellulose in dem Kupferoxydammoniak in Gegenwart metallischen Kupfers

statt, durch das eine Abnahme des Kupfergehaltes der Lösung verhindert wird.

Nach Schäfer.

268. G. L. Schäfer, New York, und A. Schäfer, Basel. Verfahren zur Vorbereitung von Zellulose für die Herstellung künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 879 416.

Zellulose, die in Kupferoxydammoniakflüssigkeit gelöst werden soll, wird in folgender Weise vorbehandelt. Zu 500 l Wasser werden 30 kg Natriumkarbonat und 40 l Kalilauge 24° Bé gegeben, und das Ganze wird auf 50–60° C unter Rühren erhitzt. Dazu gibt man 5 l Teerbenzin und rührt, bis eine gleichmäßige Mischung entstanden ist. Diese Mischung wird in einen geschlossenen Kochehr gebracht, in dem sich die Zellulose befindet, die ganz von der Flüssigkeit bedeckt sein muß. Nach Zusatz von noch 2 l Teerbenzin wird unter etwa 1 Atm. Druck ungefähr 2 Stunden gekocht, dann wird mit viel Wasser gewaschen, abgeschleudert und mit schwacher Wasserstoffsperoxydlösung behandelt. Nach abermaligem Waschen und Abschleudern wird mit verdünnter Schwefelsäure behandelt, die Hauptmenge der Flüssigkeit entfernt und kurze Zeit mit verdünnter Wasserstoffsperoxydlösung gebleicht. Nach dem Waschen und Zentrifugieren wird noch feucht in Kupferoxydammoniaklösung gebracht. Es kann auch nach dem Kochen und der Entfernung des Wassers die Zellulose in sehr verdünnte Salzsäure gebracht werden, wonach die Hauptmenge der Flüssigkeit entfernt und die Zellulose mit Wasserstoffsperoxydlösung behandelt wird. Die bis auf 20% Wasser getrocknete Zellulose wird in kleine Stücke zerteilt und ist dann fertig zum Auflösen. Sie löst sich leicht, gibt klare Lösungen und beim Verspinnen gute Resultate.

Nach Müller und Wolf.

269. C. A. Müller und Dr. D. Wolf, Teplitz-Turn. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 256 351 Kl. 29b vom 24. X. 1911 (gelöscht); brit. P. 5659¹⁹¹².

Bei diesem Verfahren wird zur Herstellung der Kupferoxydammoniakzelluloselösung die aus der Hopfenranke stammende Faser verwendet. Man trennt die Faser vom Holz durch Kochen mit Soda und Schmierseife.

Nach Kraiss und Waentig.

270. Dr. P. Kraiss und Dr. P. Waentig, Dresden. Verfahren zur Verwendung von kotonisierter Flachs- und Hanffaser zur Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 382 514 Kl. 29b vom 5. XI. 1922 (gelöscht).

Es hat sich ergeben, daß die aus Flachs- und Hanfabfällen usw. nach Patent 328 034 hergestellte kotonisierte Faser sich äußerst leicht und vollständig in Kupferoxydammoniak zu einer für die Kunstseidefabrikation u. dgl. gut verwendbaren Spinnlösung auflösen und sich

daher für die Herstellung von Kunstseide an Stelle der teuren und schwer beschaffbaren Baumwollabfälle verwenden läßt. Dies gilt besonders auch für die Spinnereiabfälle der kotonisierten Faser. Im übrigen können die für die Herstellung von Baumwollösungen geltenden Arbeitsverfahren in unveränderter Weise Anwendung finden. Die Verwendung der kotonisierten Faser für die Herstellung von Kupferseide war bisher nicht möglich, weil die nach anderen Verfahren hergestellte Faser sich unvollkommen löste. Dagegen löst sich nach Patent 328 034 hergestellte Faser sofort und vollständig in Kupferoxydammoniak, wahrscheinlich weil die Ligninbestandteile durch dieses Kotonisierverfahren vollständig entfernt werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Verwendung von kotonisierter Flachs- und Hanffaser zur Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man die nach Patent 328 034 hergestellten kotonisierten Fasern in bekannter Weise in Kupferoxydammoniak auflöst.

Nach Schröder.

271. Rich. Schröder, Berlin. Verfahren zur Gewinnung einer für die Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen geeigneten Baumwolle.

D.R.P. 409 767 Kl. 29b vom 7. VI. 1922.

Bei der Gewinnung einer für die Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen geeigneten Baumwolle wird bisher allgemein in der Weise verfahren, daß die als Ausgangsstoff dienende Baumwolle in rohem Zustande, wie sie aus der Spinnerei kommt, in einzelnen Partien abgezogen und jede dieser Partien für sich gebleicht wird. Dabei hat man das Verfahren meist so eingerichtet, daß die Größe der einzelnen Bleichpartien jeweils der Menge der anzusetzenden Kupferoxydammoniakzelluloselösung entspricht. Dieses Verfahren war jedoch sehr wenig genau, weil die rohe Baumwolle beim Bleichen etwa 10—20% des Gewichtes verliert und die einzelnen Baumwollbälle außerordentlich ungleich zusammengesetzt sind, indem sie stark wechselnde Mengen von Staub, Schmutz und anderen Verunreinigungen enthalten. Ebenso enthalten die aus der Kunstseidenfabrikation stammenden und wiederverwendeten Abfälle, wie z. B. Linters, Kämmlinge usw., große Mengen Schmutz, Maschinenfett und andere Unreinigkeiten, deren Menge sich nicht bestimmen läßt. Einen weiteren Anlaß zu Ungenauigkeiten bildet der Umstand, daß die Zellulose stark hygroskopisch ist und einen erheblich schwankenden Feuchtigkeitsgehalt besitzt, der auf das Gewicht einen wesentlichen Einfluß ausübt. Aus allen diesen Gründen war der Gehalt der entstehenden Kupferoxydammoniakzelluloselösung an Zellulose starken Abweichungen (bis zu 100%) unterworfen, so daß die Lösung nur in den allerseltensten Fällen die für die Weiterverarbeitung erforderliche, richtige Konzentration besaß. Man half sich dann damit, mehrere Lösungen der oben erwähnten Art für sich herzustellen und sie ihrem verschiedenen Konzentrationsgrad entsprechend in solchem Verhältnis miteinander zu mischen, daß dabei

eine Lösung von der richtigen Konzentration entstand. Dieses Verfahren ist naturgemäß umständlich und erfordert umfangreiche, besondere Einrichtungen. Zur Vermeidung der erwähnten Mängel erscheint es naheliegend, die zur Lösung bestimmte Baumwollmenge nicht vor, sondern nach dem Bleich- und Reinigungsverfahren abzuwiegen. Dabei stellt sich jedoch die Schwierigkeit in den Weg, daß Trocknung der gebleichten Baumwolle zwecks genauer Gewichtsbestimmung für die spätere Auflösung ungünstig ist, während andererseits im nassen Zustande die Gewichtsbestimmung wegen des großen schwankenden Wasseranteiles nicht mit der erforderlichen Genauigkeit vorgenommen werden kann.

Gemäß vorliegender Erfindung soll nun zur Beseitigung der erwähnten Mängel in der Weise verfahren werden, daß die zur Lösung bestimmte Baumwolle nach dem Bleichen auf mechanischem Wege bis auf ein genau bestimmbares, geringes Maß entwässert und in diesem Zustande abgewogen wird. Diese Entwässerung erfolgt zweckmäßig in der Weise, daß jeweils eine bestimmte Raummenge nasser Baumwolle nach dem Bleichen eine bestimmte Zeit lang einem bestimmten Druck unter einer Presse unterworfen wird. Dadurch läßt sich der Wassergehalt verhältnismäßig schnell auf ein geringes und genau bestimmbares Maß bringen, so daß damit auch der Gehalt an Zellulose oder dessen Gewichtsanteil hinreichend genau festliegt. Die so abgepreßten Kuchen können dann einfach abgewogen und in den Holländer eingebracht werden. Das Einbringen selbst geschieht dabei zweckmäßig nicht von Hand, sondern mittels einer Zufmaschine an sich bekannter Art, damit nicht durch das Hantieren der Arbeiter wieder neue Verunreinigungen in die Masse gelangen. Das Abpressen des Wassers und Abwiegen des Preßkuchens kann zweckmäßig unmittelbar nach dem Bleichverfahren erfolgen, also bevor die Masse in den Holländer zum Mahlen gelangt; gegebenenfalls könnte jedoch das Entwässern und Abwiegen auch nach dem Verlassen des Holländers vor dem Einbringen in den Lösungskessel geschehen. Für das Abpressen des Wassers empfiehlt es sich, eine hydraulische Trockenpresse zu benutzen, wie sie zu ähnlichen Zwecken bereits in der Färberei Verwendung findet, weil sich dabei, wie Versuche ergeben haben, der Zellulosegehalt des Preßkuchens mit überraschender Genauigkeit feststellen läßt, so daß auch die später gewonnene Lösung genau die richtige Konzentration besitzt. Anstatt einer solchen hydraulischen Presse könnte jedoch gegebenenfalls auch eine Spindelpresse benutzt werden, welche mit einer Einrichtung versehen ist, die eine Kontrolle des herrschenden Preßdruckes ermöglicht. Schließlich wäre auch an Stelle einer Presse die Benutzung einer Zentrifuge zur Entwässerung denkbar, obgleich dabei wahrscheinlich das Ergebnis weniger genau sein würde.

Um ein etwaiges Austrocknen der Oberfläche der ausgepreßten Faserstoffkuchen in der Zeit zwischen Auspressen und Einfüllen in den Holländer oder den Lösekessel zu vermeiden, empfiehlt es sich, das Preßgut in besondere Hüllen, z. B. Tücher od. dgl., einzupacken, welche außerdem eine Beschmutzung der Preßkuchen verhindern.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Gewinnung einer für die Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen geeigneten Baumwolle, dadurch gekennzeichnet, daß zwecks Herstellung einer Lösung bestimmter Konzentration die zur Lösung dienende Baumwolle nach dem Bleichverfahren auf mechanischem Wege bis auf ein genau bestimmtes geringes Maß entwässert und in diesem Zustande abgewogen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zwecks Entwässerung eine bestimmte Menge nasser Baumwolle eine bestimmte Zeit lang einem bestimmten Preßdruck ausgesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der abgepreßte feuchte Kuchen durch eine Zupfmaschine an sich bekannter Art in den Holländer zum Mahlen bzw. in den Lösungskessel eingebracht wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1—3, dadurch gekennzeichnet, daß der abgepreßte, feuchte Baumwollkuchen bis zu seiner Weiterverarbeitung durch eine Umhüllung gegen Eintrocknen an der Oberfläche geschützt wird.

Herstellung von Kupferoxydammoniaklösung und von Kupferhydroxydzellulose.

Zahlreich sind die Vorschläge zur Herstellung und Verbesserung von Kupferoxydammoniaklösungen, mit denen zusammen auch die Verfahren zur Herstellung von Kupferzelluloseverbindungen besprochen seien. Für diese beiden Gebiete kommen folgende Patente in Betracht:

Nach Bronnert, Fremery und Urban.

272. Dr. E. Bronnert, Niedermorschweiler bei Mülhausen i. E., Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch, Reg.-Bez. Aachen. Herstellung von Kupferoxydammoniaklösungen von hohem Kupfergehalt. D.R.P. 115 989 Kl. 12 vom 11. I. 1900 (gelöscht); österr. P. 10 263; Ver. St. Amer. P. 658 632; brit. P. 1763¹⁹⁰⁰.

Die Herstellung von Kupferoxydammoniaklösungen von hohem Kupfergehalt und verhältnismäßig niedrigem Ammoniakgehalt gelingt, wenn man in den wie sonst mit Ammoniakflüssigkeit und Kupferspänen beschickten hohen Zylindern während etwa 10 Stunden kalte Preßluft aufsteigen läßt und zugleich die Temperatur auf 0° bis +5° C hält. Man erreicht dies dadurch, daß man um die Zylinder einen Kühlmantel legt, in welchem stark gekühlte Salzlösung umläuft. Die erhaltenen Lösungen sind nur in der Kälte haltbar, über +5° scheidet sich rasch so viel Kupferhydroxyd aus, daß der verbleibende Kupfergehalt nur noch etwa 2—2,5% beträgt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von 4—5% Kupfer enthaltenden Lösungen von Kupferoxydammoniak, darin bestehend, daß die Auflösung des Kupfers in Ammoniak unter dem oxydierenden Einfluß von Luft oder Sauerstoff derart vorgenommen wird, daß dabei die Temperatur der Flüssigkeit durch geeignete Vorrichtungen auf 0° bis +5° C gehalten wird.

Nach Prud'homme.

273. M. Prud'homme. Alkalische Kupferlösungen, welche konzentrierte spinnbare Zelluloselösungen geben.

Franz. P. 344 138.

Ammoniakalische Kupferlösung nimmt besondere Eigenschaften an, wenn man sie mit Ätznatron oder Ätzkali in geeigneten Mengen versetzt. Anscheinend kann man nicht mehr als 2 Mol. Ätzkali auf 1 Mol. Kupfersulfat zusetzen. Die Lösung stellt man z. B. her aus 10 g kristallisiertem Kupfersulfat, die man in 30 ccm Wasser löst, gibt dazu 80—100 ccm Ammoniak 21° Bé und 13 g Ätzkali 36° Bé oder 9 g Ätznatron 40° Bé. So erhaltene Lösungen lösen Zellulose fast augenblicklich auf, und zwar das Vierfache des vorhandenen Kupfers. Die Menge der gelösten Zellulose ist um so größer, je mehr sich die Menge des Ätzkalis der von 2 Mol. auf 1 Mol. Kupfersalz nähert. Sie wächst auch, wenn stärkeres Ammoniak verwendet wird. Die Zelluloselösungen sind sehr homogen und lassen sich verspinnen. Die Auflösung der Zellulose wird durch Erniedrigung der Temperatur erleichtert.

Nach Lecoeur.

274. A. Lecoeur, Rouen. Verfahren zur Herstellung von Kupferoxydammoniak, das zur Gewinnung künstlicher Seide bestimmt ist.

D.R.P. 185 294 Kl. 29 b vom 9. II. 1906 (gelöscht); österr. P. 30 496; franz. P. 362 986; brit. P. 8910¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 863 801.

Das beste Kupferoxydammoniak für die Gewinnung künstlicher Seide und ähnlicher Erzeugnisse ist dasjenige, welches den größten Gehalt an gelöstem Kupferhydroxyd und möglichst geringe Mengen fremder Salze besitzt. Wenn man Schweizers Reagens aus metallischem Kupfer, Luft oder Sauerstoff und Ammoniak herstellt, so enthält die Lösung Salze, z. B. Nitrite, welche für die Auflösung der Zellulose schädlich sind, da sie Zersetzung der Lösung bewirken. Wenn man bei niedriger Temperatur arbeitet, so entstehen zwar geringere Mengen fremder Salze, auch ist die Lösung reicher an Kupferoxydammoniak, aber auch sie ist nicht haltbar. Ihre Zersetzung findet bei gewöhnlicher Temperatur unter Bildung von Kupferhydroxyd statt. Diese Unbeständigkeit bildet den schwersten Übelstand bei der Herstellung von Zelluloselösungen zwecks Gewinnung von Fäden, Fasern und anderen Gebilden mit seidenartigem Aussehen. Die Praxis lehrt, daß, wenn man nicht abkühlt, sich die Zersetzung des Kupferoxydammoniaks noch schneller vollzieht. Außerdem bilden sich durch Auflösung von Kupferhydroxyd in Ammoniak zwei verschiedene ammoniakalische Oxyde. Das eine davon ist kristallisierbar und seine Bedeutung als Lösungsmittel für Zellulose fast gleich Null. Das andere, welches sich von dem vorgenannten durch Dialyse abtrennen läßt, ist dagegen kolloidal und besitzt eine beträchtliche Auflösungsfähigkeit für Zellulose.

Nach vorliegender Erfindung werden die schädlich wirkenden Salze und das kristallisierbare Kupferoxydammoniak durch Dialyse abge-

schieden. Die dialysierte Flüssigkeit besteht sodann lediglich aus dem kolloidalen Kupferoxydammoniak, welches bei gewöhnlicher Temperatur aufbewahrt werden kann, ohne irgendeiner Zersetzung zu unterliegen. Diese Lösung ergibt klebrige, vollkommen gleichmäßige Zelluloselösungen, die ohne Kühlung haltbar sind.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kupferoxydammoniak, das zur Gewinnung von künstlicher Seide bestimmt ist, dadurch gekennzeichnet, daß man die auf übliche Weise gewonnene Lösung des Kupferhydroxyds in Ammoniak, welche als Verunreinigungen Kristalloide enthält, einem Dialysierverfahren unterwirft, um diese Stoffe auszuschneiden und eine gereinigte Lösung zu gewinnen, die ohne Veränderung bei gewöhnlicher Temperatur aufbewahrt werden kann.

275. A. Lecoeur. Herstellung konzentrierter Lösungen reinen kolloidalen ammoniakalischen Kupferoxydhydrats.

Franz. P. 374 277; brit. P. 16 442¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 863 802.

Bei der Einwirkung von Luft und Ammoniak auf Kupfer entsteht u. a. salpetrige Säure, und man hat schließlich in der Flüssigkeit ammoniakalisches Kupferoxyd, Ammoniumnitrat und Kupfernitrit. Setzt man von Anfang an so viel Natronlauge zu, als der im Verlauf des Verfahrens gebildeten salpetrigen Säure entspricht, so erhält man Natriumnitrit, ammoniakalische Kupferoxydhydratlösung und Ammoniakgas. Natriumnitrit liefert mit Ammoniak und Kupfer in der Kälte Stickstoff, Kupferoxyd, Ätznatron und Wasser. Man erhält also das Ätznatron immer wieder und braucht es nur in geringen Mengen zuzusetzen. Die erhaltene Lösung wird, um das kolloidale ammoniakalische Kupferoxydhydrat zu gewinnen, im Dialysierapparat gereinigt¹⁾. Sie ist dann bei gewöhnlicher Temperatur beständig.

Nach Société anonyme „Le Crinoid“.

276. Société anonyme „Le Crinoid“. Verfahren zur Herstellung kolloidaler ammoniakalischer Kupferoxydhydratlösungen für die Herstellung von Zellulosefäden u. dgl.

Franz. P. 401 741; brit. P. 14 143¹⁹⁰⁸ (A. Lecoeur); Ver. St. Amer. P. 947 715.

Es wird aus Kupfersulfat- oder anderen Kupfersalzlösungen durch Zusatz von Ammoniak und Ätzkalken sowie Dialysieren ein kolloidales ammoniakalisches Kupferoxydhydrat mit 15 g Kupferoxyd = 12 g Kupfer im Liter hergestellt, von dem 1 l 30 g Zellulose löst (Lösung A). Ferner wird durch Einwirkung von Luftsauerstoff und Ammoniak auf Kupfer (franz. P. 374 277, s. vorstehend) eine Lösung von kolloidalem ammoniakalischen Kupferoxydhydrat hergestellt, die so viel Kupferoxyd enthält, daß 1 l 110–120 g Zellulose auflöst (Lösung B). Beide Lösungen werden in solchen Verhältnissen miteinander gemischt, als die Beschaffenheit des zu erzielenden Fadens erfordert, z. B. so, daß 1 l des Gemisches 80–90 g Zellulose auflöst.

¹⁾ Der Dialysierapparat ist im franz. P. 365 990 beschrieben.

Nach Mertz.

277. E. Mertz, Basel. Behälter zur Herstellung von ammoniakalischem Kupferoxydhydrat.

Schweiz. P. 34 760; franz. P. 364 911.

Der Behälter hat die Form eines Kegelstumpfes. Dadurch rutschen die Kupferstücke leicht nach, wenn die zu unterst liegenden aufgelöst sind. Oben hat der Behälter eine mittels eines Schraubenbügels verschließbare Einfüllöffnung und unten seitlich eine Entleerungsöffnung. Er ist ferner mit einem Mantel versehen, durch den Kühlflüssigkeit läuft. (2 Zeichnungen.)

Nach Société anonyme la soie nouvelle.

278. Société anonyme la soie nouvelle. Verbesserungen in der Herstellung von Metallammoniakverbindungen.

Franz. P. 369 973; Ver. St. Amer. P. 850 695; brit. P. 20 408¹⁹⁰⁶ (J. J. M. A. Vermeesch).

In einem geschlossenen Gefäß, das in seinem oberen Teil eine Kühlschlange enthält, werden Kupferspäne mit Ammoniaklösung übergossen. Durch einen Injektor wird in dem unteren Teil des Gefäßes ein inniges Gemisch mit Ammoniak gesättigter Luft und der Flüssigkeit aus dem oberen Teil des Gefäßes zugeleitet und ein Kreislauf des Gefäßinhaltes bewirkt. Nicht in Reaktion getretenes Ammoniak wird oben aus dem Gefäß abgeleitet und in einen Kondensator geführt, wo es durch herabrieselndes Wasser aufgenommen wird. Dies ammoniakhaltige Wasser wird in einer anderen Kolonne mit Druckluft behandelt; dadurch wird die für den Vorgang notwendige, mit Ammoniak gesättigte Luft gewonnen. (1 Zeichnung.)

Nach Schaefer.

279. A. Schaefer, Lachen (Schweiz). Verfahren zur Herstellung einer Kupferoxydammoniaklösung.

Schweiz. P. 45 321; Ver. St. Amer. P. 884 298 (auch G. L. Schaefer).

Eine Lösung, die man durch Einwirkung von Sauerstoff und wäßrigem Ammoniak bei einer Temperatur von -8 bis $+4^{\circ}\text{C}$ auf Kupfer erhält, wird mit dem nach Absorption hierbei entweichender Ammoniakdämpfe in einer Kupfersulfatlösung gebildeten Produkte vermischt. Zur Ausführung des Verfahrens dienen zwei hintereinander zu schaltende zylindrische Kessel, die mit verschließbaren Einfüll- und Entleerungsöffnungen, einem Siebboden, Kühlmantel, Leitungen für Wasser und Gaszu- und -ableitungen versehen sind, und mindestens zwei mit Kühlschlangen, Hähnen, Gaszuleitungsrohren und Entleerungsrohren ausgestattete Behälter zur Absorption der aus den zylindrischen Kesseln entweichenden Ammoniakdämpfe. (Nach dem Ver. St. Amer. P. wird die mit Ammoniakdämpfen behandelte Kupfersulfatlösung durch Ätzalkalizusatz vollständig in das Hydrat übergeführt.) (1 Zeichnung.)

Nach Glanzfäden Akt.-Ges.

280. Glanzfäden Akt.-Ges., Berlin. Verfahren zur Herstellung haltbarer Kupfersalze für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 269 787 Kl. 29 b vom 16. XII. 1908 (gelöscht); österr. P. 58 299; franz. P. 410 882; brit. P. 29 385¹⁹⁰⁹; schweiz. P. 51 246 (Ph. Friedrich); Ver. St. Amer. P. 1 000 827 (Linkmeyer).

Man kann ohne künstliche Kühlung ein haltbares Kupfersalz erhalten, wenn man Kupfersulfatlösungen mit einer zur vollständigen Fällung der Kupfersalze ungenügenden Menge Natronlauge versetzt und dann gelöstes Bikarbonat oder andere saure Salze zusetzt, wobei die Fällung der Kupfersalze durch weiteren Zusatz von Natronlauge nach dem Bikarbonatzusatz vollendet werden kann. Man erhält aus dem so hergestellten Kupfersalz, das vielleicht ein Gemisch von basischem Sulfat, basischem Karbonat und Hydroxyd ist, aber auch eine besondere — möglicherweise lose — Verbindung sein kann, mit Leichtigkeit 15%ige Spinnlösungen, die sich besonders gut zur Herstellung von Kunstseiden u. dgl. eignen, weil die Lösungen infolge des niedrigen Ammoniak- und des hohen Zellstoffgehaltes außerordentlich viskos und fadenziehend sind und schon mit bedeutend schwächeren Fällmitteln als sonst Gebilde unmittelbar ausgefällt werden können. Besonders gut eignet sich das neue Kupfersalz auch zur Auflösung von Zellstoff, der mit anderen Pflanzenstoffen versetzt ist. Die Temperatur, d. h. die Reaktionswärme, braucht weder bei der Fällung des Kupfersalzes noch bei der Auflösung des Zellstoffs herabgesetzt zu werden. Ebenso wird viel Ammoniak infolge der leichten Löslichkeit erspart.

Beispiel. Einer Lösung von 370 g zermahlenem Kupfersulfat ($\text{CuSO}_4 + 5 \text{H}_2\text{O}$) in 2 l Wasser setzt man erst 130 ccm Natronlauge von 40° Bé mit 1500 ccm Wasser verdünnt, dann 25 g in Wasser gelöstes doppeltkohlensaures Natron und endlich noch weitere 45 ccm Natronlauge von 40° Bé hinzu. Im ganzen werden also 175 ccm Natronlauge von 40° Bé in zwei Gaben verwendet. Nun trennt man die Flüssigkeit von dem entstandenen Kupferniederschlag ab, wobei man jetzt schon 200 g fein zerschnittene Zellulose hinzufügen kann, um leichter auspressen zu können. Das Kupferoxydhydrat verbindet sich hierbei lose mit dem Zellstoff. Das möglichst trocken abgepreßte Zellstoffkupfersalz verarbeitet man nun mit 660 ccm Ammoniak von spez. Gew. 0,888 (= 175 g NH_3) zu einem gleichmäßigen Brei und setzt dann zur Neutralisierung der Kohlensäure (in Gestalt von Kupferkarbonat) und des basischen Sulfats noch 48 ccm Natronlauge hinzu, wodurch sofort völlige Auflösung eintritt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung haltbarer Kupfersalze für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Kupfersulfatlösung zunächst eine zur vollständigen Fällung des Kupferhydroxyds ungenügende Menge Alkalihydroxyd und darauf Alkalibikarbonat zugesetzt wird.

Nach British Cellulose Syndicate Ltd. und Mertz.

281. British Cellulose Syndicate Limited und V. E. Mertz, Manchester.
Verfahren zur Herstellung einer haltbaren und hochprozentigen Lösung von ammoniakalischem Kupferoxyd.

D.R.P. 250 596 Kl. 29 b vom 14. I. 1910 (Prior. England 16. I. 1909) (gelöscht);
franz. P. 411 592; brit. P. 1148¹⁹⁰⁹; Ver. St. Amer. P. 954 984.

Eine Abscheidung von Kupferoxydul oder -oxyd aus ammoniakalischen Kupferoxydlösungen läßt sich verhindern, wenn man durch Zusatz geeigneter organischer Stoffe einerseits und langsam Sauerstoff abgebender Körper andererseits einen konstanten Gehalt an aktivem Sauerstoff in statu nascendi in der Lösung herbeiführt, wodurch nicht nur sehr viel Kupfer von Ammoniak aufgelöst wird, sondern auch selbst bei Zimmertemperatur monatelang gelöst bleibt. Als organische Zusätze eignen sich alle mehrwertigen Alkohole und deren Derivate sowie die Salze der organischen Säuren, welche auf Kupfer in alkalischer Lösung nicht reduzierend wirken, z. B. Glycerin, Acetin, Chlorhydrin, Dextrin, Zitronensäure, Weinsäure, Glukolsäure usw., während sich von den leicht und langsam Sauerstoff abgebenden Körpern die Salze der Persäuren des Schwefels, des Bors und anderer, insbesondere die Natrium- und Ammoniumsalze, wie Ammoniumpersulfat und Natriumperborat, bewährt haben. Hingegen sind die Superoxyde, wie Natriumperoxyd, Magnesiumperoxyd, Wasserstoffsperoxyd usw. nicht brauchbar, da sie bei Gegenwart von Ammoniak und organischer Substanz den Sauerstoff äußerst rasch, mitunter sogar explosionsartig, abgeben. Durch den Zusatz von Sauerstoffsalzen wird außerdem eine beträchtliche Temperaturerniedrigung der Lösung erzielt, die gleichzeitig die Lösung des Kupfers erheblich beschleunigt. Die Temperaturerniedrigung beträgt bei Ammoniumsulfat bei 1–10% iger Lösung in Ammoniak im Durchschnitt 7° C.

Beispiel. Man übergießt feine Kupferspäne oder elektrolytisches Kupfer mit etwa 12–15% igem Ammoniak, setzt 3–5% Acetin zu und so viel Perborat oder Ammoniumpersulfat, daß ein Teil ungelöst bleibt; 3–10%, je nach Löslichkeit und Konzentration des Ammoniaks, sind in der Regel ausreichend. Nach wiederholtem Umschwenken entsteht eine kräftig lebhaft dunkelblau gefärbte Lösung, die je nach Umständen und bei längerem Stehen bis zu 5% und mehr Kupfer, an Sauerstoff und Ammoniak gebunden, enthält und selbst bei Zimmertemperatur keine Zersetzung erleidet.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung einer haltbaren und hochprozentigen Lösung von ammoniakalischem Kupferoxyd, gekennzeichnet durch die gemeinsame Verwendung von Salzen der Persäuren, wie Natriumperborat, Ammoniumpersulfat usw., oder einer geeigneten Mischung solcher Sauerstoffsalze und mehrwertigen Alkoholen oder Salzen organischer Oxysäuren und Derivaten von beiden, wie Glycerin, Acetin, Chlorhydrin, Weinsäure, Zitronensäure, Glykolsäure usw.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Persalz gegenüber den organischen Stoffen im

Überschuß vorhanden ist und die 3–10fache Menge der mehrwertigen Alkohole oder der Salze organischer Säuren (Oxysäuren) ausmacht.

Nach Chemische Fabrik Bettenhausen Marquart & Schulz.

282. Chemische Fabrik Bettenhausen Marquart & Schulz, Kassel-Bettenhausen. Verfahren zur Herstellung haltbarer Lösungen von Kupferoxydammoniak.

Österr. P. 41 720; franz. P. 399 911; schweiz. P. 45 290; brit. P. 4872¹⁹⁰⁹.

Es wurde gefunden, daß sich die Haltbarkeit der Kupferoxydammoniaklösungen durch Zusatz organischer Stoffe erhöhen läßt. Als besonders geeignet haben sich die mehratomigen Alkohole, wie Glycerin und Mannit, die Zuckerarten, wie Traubenzucker, Milchzucker und Rohrzucker, sowie die Kohlenhydrate, wie Stärke und Dextrin, und schließlich die Gummiarten erwiesen. Es wurde ferner gefunden, daß sich ein weiterer sehr erheblicher Vorteil erzielen läßt, wenn man die oben angeführten Stoffe nicht erst nachträglich zu den fertigen Lösungen zusetzt, sondern schon bei deren Bereitung mitverwendet. Die Bildung des Kupferoxydammoniaks wird hierdurch nicht nur bedeutend beschleunigt, sondern es lassen sich auch ohne jede Kühlung Lösungen von erheblich höherem Kupfergehalt als sonst, und zwar solche von 5% und darüber, mit Leichtigkeit erzielen. Zur Erzielung der Haltbarkeit genügt bereits ein Zusatz von 1–2% der angeführten Stoffe. Kupferoxydulammoniak ist in den Lösungen nicht vorhanden.

Nach Foltzer.

283. J. Foltzer, Tagolsheim, Ober-Elsaß. Verfahren zur stetigen Herstellung von Kupferoxydammoniak.

D.R.P. 229 677 Kl. 12n vom 4. IV. 1908 (gelöscht).

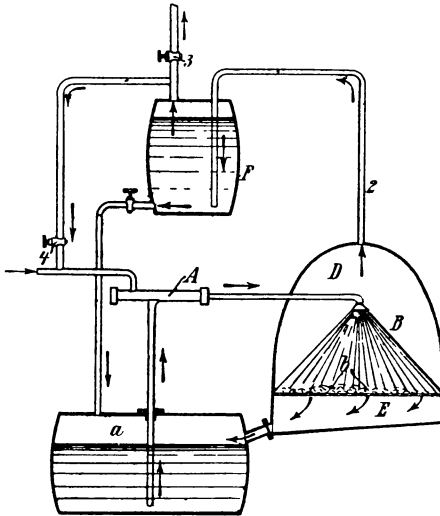


Fig. 191.

Bei diesem Verfahren fällt eine Außenkühlung des Reaktionsbehälters weg und das Kupfer taucht nicht mehr in eine gegen Wärmezeugung zu schützende Ammoniakflüssigkeit ein. Die zur Erzielung von Kupferoxydammoniak nötige Ammoniakflüssigkeit wird aus einem Behälter *a* (Fig. 191) durch einen oder mehrere mit Luft gespeiste Injektoren *A* angesaugt und ihr Strahl *B* auf ein von Kupferspänen *b* reichlich bedecktes, in einem geschlossenen Raum *D* sich befindendes Sieb gerichtet. Hierdurch bildet sich Kupferoxyd-

ammoniak, das über die Kupferspäne hinwegrieselt und in den Behälter *a* zurückfließt. Das während der Kupferoxydammoniakbildung frei gewordene Ammoniakgas zieht durch Rohr *2* ab und wird zum Teil im Behälter *F* von reinem Wasser aufgenommen, der Rest durch den Regulierhahn *3* ins Freie gelassen oder in einem Schwefelsäurebad aufgefangen, größtenteils aber mit der frisch eintretenden Luft durch den Regulierhahn *4* wieder angesaugt und in den Apparat *D* zurückgeführt, so daß sich die Kupferspäne in einem mit Ammoniakgas möglichst gesättigten Medium befinden. Es wird nun so stetig weitergearbeitet, bis die Kupferoxydammoniaklösung ein spez. Gew. von etwa 1,004—1,005 bei +20° C zeigt. Dann wird das im Behälter *F* aufgefangene Ammoniak dem im Behälter *a* befindlichen Kupferoxydammoniak beigefügt. Es entsteht hierdurch ein zum Lösen der Zellulose nachteiliges Verdünnen des Kupferoxydammoniaks, so daß vor dem Auflösen das noch fehlende Kupfer beigegeben werden muß.

Patentanspruch: Verfahren zur stetigen Herstellung von Kupferoxydammoniak, dadurch gekennzeichnet, daß zum Zwecke der Vermeidung einer äußeren Kühlung des Reaktionsgefäßes und der Erzielung einer möglichst ammoniakarmen Lösung das Kupfer in einer mit Ammoniakgas gesättigten Atmosphäre in großer Fläche von Ammoniakflüssigkeit von oben durchrieselt wird.

Nach Bernstein.

284. H. Bernstein, Philadelphia. Herstellung von Cuprammoniumlösung.

Ver. St. Amer. P. 965 273.

Das gewöhnliche Verfahren, Cuprammoniumlösungen herzustellen, besteht darin, daß man ein Gemisch von metallischem Kupfer und Ammoniak mit Luft behandelt. Dies Verfahren liefert nur etwa 2½% Kupfer enthaltende Lösungen. Bessere Ergebnisse werden erzielt, wenn bei der Herstellung der Lösung niedrige Temperaturen eingehalten werden (unter 5° C). Der Erfinder erhält 4% ige und stärkere Lösungen, die bei gewöhnlicher Temperatur beständig sind, dadurch, daß er unter Zusatz von Zuckerarten arbeitet. Er nimmt wäßriges Ammoniak (20%), setzt dazu etwa 2% Zucker, Melasse u. dgl. und gibt die Lösung zu 16—20% iger Ammoniakflüssigkeit. Das Gemisch wird in einem geeigneten Behälter mit Kupfer in Form von Streifen oder Spänen in Berührung gebracht, und dann wird Luft durch die Flüssigkeit geleitet. In der Flüssigkeit kann ein hoher Prozentsatz Zellulose gelöst werden, die Lösung ist bei gewöhnlicher Temperatur beständig.

285. H. Bernstein, Philadelphia. Herstellung von Cuprammoniumlösungen.

D.R.P. 248 303 Kl. 29 b vom 15. VII. 1910 (gelöscht); österr. P. 60 034; Ver. St. Amer. P. 965 557; franz. P. 418 282; brit. P. 15 991¹⁹¹⁰; schweiz. P. 53 440.

Das Verfahren wird wie das vorstehende ausgeführt unter Verwendung von Melasse, auf deren Gehalt an nicht kristallisierendem

Zucker, an Invertzucker und Kalisalzen Wert gelegt wird. Es werden 5 und 6% Kupfer enthaltende Lösungen erzielt, die bei gewöhnlicher Temperatur etwa 8% Zellulose lösen. Die Lösungen zeigen hohe Viskosität.

Die deutsche Patentschrift enthält Vergleichsversuche, die die Überlegenheit der Melasse über Rohrzucker, Gummiarabikum, Glyzerin und Traubenzucker erkennen lassen. Die Ansprüche des deutschen Patentes lauten:

1. Verfahren zur Herstellung von Kupferoxydammoniaklösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man Ammoniakwasser, welches Melasse enthält, in einen mit metallischem Kupfer beschickten Behälter bringt und Preßluft oder irgendein Gasmisch, das freien Sauerstoff enthält, aufsteigen läßt.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Melasse zunächst in Ammoniakwasser geeigneter Stärke aufgelöst, dann diese Melasselösung mit Ammoniakwasser auf die gewünschte Stärke verdünnt und sodann in einen mit Kupferspänen, -streifen od. dgl. gefüllten Behälter eingetragen wird, wonach man durch die Flüssigkeit Preßluft oder irgendein anderes, freien Sauerstoff enthaltendes Gas aufsteigen oder hindurchziehen läßt.

Nach Bronnert.

286. Dr. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Verfahren zur Herstellung von in Ammoniak löslicher Kupferhydroxydzellulose.

D.R.P. 109 996 Kl. 29 vom 2. V. 1899 (gelöscht); österr. P. 3638 Kl. 29; franz. P. 278 371; Ver. St. Amer. P. 646 381; brit. P. 13 331¹⁸⁹⁹.

Es hat sich gezeigt, daß technisch verwertbare Lösungen von Zellulose auf einfache und bequeme Weise sofort erhalten werden können, wenn die Zellulose in Form von Kupferhydroxydzellulose in Ammoniak gelöst wird. Am besten wird zur Herstellung der Kupferhydroxydzellulose so verfahren, daß die fein zerteilte Zellulose aufgeschlossen wird durch Überführung in die auch zur Cross und Bevanschen Viskoseherstellung benutzte sehr reaktionsfähige Natronzellulose. Diese wird dann in geeigneten Mischmaschinen mit der molekularen Menge von kristallisiertem Kupfersulfat zusammengerieben. Durch doppelte Umsetzung entsteht dabei schwefelsaures Natrium und eine lose Verbindung von Kupferhydroxyd und Zellulose. Diese lose Verbindung ist durch Wasser genau wie die Natronzellulose zersetzlich unter Abscheidung von Zellulosehydrat und Kupferhydroxyd. In Ammoniak ist sie sofort löslich zu einer selbst bei höherer Temperatur ihre Viskosität bewahrenden Flüssigkeit. Es werden z. B. 162 g trockene Zellulose (1 Mol.) fein zerschnitten und bei gewöhnlicher Temperatur mit einer Lösung von 80 g reinem Natronhydrat in 500 g Wasser gut durchgemischt. Nach etwa einstündigem Stehen werden sodann 249 g (= 1 Mol.) krist. Kupfersulfats in fein gepulvertem Zustande zugefügt und unter Vermeidung erheblicher Erwärmung innig gemischt. Das erhaltene homogene hellblaue Produkt ist direkt in konz. wäßriger Ammoniakflüssigkeit löslich, wobei der größte Teil des gebildeten Natriumsulfats zurückbleibt.

Zweckmäßig werden dabei die Verhältnisse so gewählt, daß auf je 1 Mol. Kupferhydroxydzellulose beiläufig 16—20 Mol. Ammoniakgas kommen. Zur Verwendung kann gelangen: Baumwolle, Zellstoff oder auch Zellosehydrat irgendwelcher Art. Auch Hydrozellulose (nach Girard aus Zellulose durch Tränken mit 2%iger Salzsäure, Trocknen bei 60—80° und Waschen erhalten) liefert nach vorstehendem Verfahren bis zu 12 und mehr Prozent Zellulose haltende prächtige Lösungen von kolloidumähnlichem Charakter. Da diese Hydrozellulose in Schweizer- oder Wrightscher Flüssigkeit sonst nur in ganz unbedeutendem Maße löslich ist, so ist hierin ein wichtiger Beweis zu erblicken für die Richtigkeit der Annahme einer in Ammoniak als solche löslichen Kupferhydroxydverbindung der Zellulose.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von in Ammoniak löslicher Kupferhydroxydzellulose, dadurch gekennzeichnet, daß 1 Mol. der bekannten Dinatriumzellulose $C_6H_8Na_2O_5$ mit 1 Mol. Kupfersulfat ($CuSO_4 + 5 H_2O$) oder einer äquivalenten Menge eines anderen geeigneten Kupfersalzes zusammengerieben werden unter Vermeidung erheblicherer Erwärmung.

2. Ausführungsform des unter 1. geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß statt Dinatriumzellulose die analog dieser erhältliche Dinatriumhydroxydzellulose oder irgendein Dinatriumzellulosehydrat zur Verwendung kommt.

Nach Bemberg.

287. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Verfahren zur Herstellung von in Ammoniak löslichen Zelluloseprodukten.

D.R.P. 162 866 Kl. 29b vom 29. IX. 1900 (gelöscht).

Das Verfahren besteht im wesentlichen darin, Zellulosematerial mit metallischem Kupfer (Zementkupfer) innig zu mischen und letzteres sodann auf der Zellulose in Hydrat überzuführen. Diese Überführung kann z. B. in der Weise erfolgen, daß man die Zellulose-Kupfermischung mit Kupfervitriol, Chloralkali und wenig Wasser behandelt und das erhaltene grüne basische Kupfersalz durch Alkali in Hydrat überführt. Die Hydratisierung des Kupfers geht bei diesem Verfahren beträchtlich schneller und durchgreifender vor sich als bei Abwesenheit der Zellulose, weil die hierzu erforderliche Oxydation des Kupfers durch dessen feine Verteilung und die der Luft dargebotene große Oberfläche beträchtlich rascher und energischer verläuft. Eine Mercerisierung der Zellulose und eine chemische Verbindung zwischen Zellulose und Kupferhydroxyd findet hierbei nicht statt, da die Konzentration des Alkalis bedeutend geringer sein kann, als zur Erzielung der Mercerisierung erforderlich ist. Das erhaltene, in wässrigem Ammoniak leicht lösliche Produkt ist dementsprechend durchaus haltbar und wasserbeständig und läßt sich daher beliebig lange ohne Einbuße an Haltbarkeit auf Lager halten, versenden und nach Bedarf weiter verarbeiten, ganz abgesehen davon, daß das Produkt frei von Alkalisalzen erhalten werden kann, welche bekanntermaßen die Löslichkeit der Zellulose herabsetzen, und daß die

direkte Verwertung des aus den Zersetzungsflüssigkeiten der Zelluloselösungen wiedergewonnenen Zementkupfers gegenüber der Benutzung von Kupfersalzen eine wesentliche Vereinfachung des Betriebes darstellt. Eine besonders wertvolle Ausführungsform des vorliegenden Verfahrens, welche die Umwandlung des Kupfers bedeutend rascher und vollständiger auszuführen gestattet als die bekannten Hydratierungsweisen, besteht darin, das Zellulose-Kupfergemisch mit Ammoniak, Sauerstoff (Luft) und einer noch keine Lösung der Zellulose herbeiführenden Menge Wasser zu behandeln. Eine direkte Erzeugung von Kupferoxydammoniak- oder Zelluloselösung durch die gegenseitige Einwirkung von Kupfer, Sauerstoff, Wasser, Ammoniak und Zellulose, wie bei den bekannten Verfahren, findet bei diesem Verfahren wegen der benutzten geringen Wassermenge nicht statt; es entsteht vielmehr ein Zwischenprodukt, dessen Bildung folgendermaßen zu erklären sein dürfte: Durch Einwirkung des Luftsauerstoffs und des vorhandenen Wassers wird zunächst das Kupfer in Kupferhydroxydul übergeführt, was sich durch die anfänglich entstehende gelbbraune Färbung des Gemisches zu erkennen gibt. Ohne Zuhilfenahme weiterer Hilfsmittel würde nun die weitere Oxydation des Kupfers sehr langsam vor sich gehen. Sind dagegen Ammoniak und ganz geringe Wassermengen zugegen, so verläuft die Oxydation sehr schnell, indem das von der Zellulose in großen Mengen aufgesaugte und dadurch in innige Berührung mit dem Kupfer tretende Ammoniak sauerstoffübertragend wirkt; es findet unter starker Wärmeentwicklung eine intermediäre Bildung von Kupferoxydulammoniak statt, welches, ähnlich wie bei Kupferchlorür, äußerst leicht Sauerstoff aufnimmt. Statt des zu erwartenden Kupferoxydammoniaks entsteht aber, da dieses bei Abwesenheit größerer Mengen Wasser ein sehr unbeständiger Körper ist, sofort Kupferhydroxyd, was sich wiederum an der über olivgrün in blau übergehenden Farbe erkennen läßt. Bei richtig geleiteter Reaktion erhält man daher am Schluß eine trockene, lose Fasermasse, während bei Anwendung von wenig überschüssigem Wasser sofort durch teilweise Lösung eine schädliche Verschmierung der Masse eintritt. Das nach dieser Ausführungsform erhaltene Produkt ist ebenfalls beständig, also lager- und versandfähig, im Gegensatz zu der leicht zersetzlichen Kupferoxydammoniaklösung der Zellulose. Das Produkt löst sich in Ammoniakwasser überraschend leicht und schnell, auch ohne mechanische Hilfsmittel, zu technisch wertvollen homogenen und hochkonzentrierten Lösungen. Die Herstellung einer Lösung von 300 g Zellulose im Liter (innerhalb weniger Stunden) bietet z. B. keine Schwierigkeiten.

Die praktische Ausführung der Erfindung gestaltet sich beispielsweise wie folgt: I. 2 g Zementkupfer, 2 g Kupfervitriol und 2 g Kochsalz werden innig mit etwa 10–15 ccm Wasser zu einem feinen Brei zerrieben und mit 6 g zerschnittener, abgekochter, ungefähr 25% Wasser enthaltender Baumwolle durchgeknetet. Die gleichmäßig braune Masse wird nach einigen Stunden unter Bildung von basischem Kupfersalz vollständig grün. Der Vorgang kann durch sorgfältiges Zerkleinern der Ware, durch Besprengen mit Kupferchlorid und öfteres Durcharbeiten beschleunigt werden. Man setzt nunmehr etwa 20 ccm Natronlauge von

5° Bé (oder eine entsprechend geringere Menge konzentrierter Lauge) zu, wodurch das Gemisch unter Bildung von Kupferhydrat blau wird. Nach Auswaschen der gebildeten Salze löst sich das Gemisch glatt in Ammoniak auf.

II. Die abgekochte und feinzerschnittene Baumwolle wird mit Zementkupfer gemengt und bei Gegenwart von Luft und der zur Reaktion erforderlichen Menge Wasser (100—150% des Gewichts der Baumwolle) in flüssigem oder gasförmigem Zustande der Einwirkung von Ammoniak ausgesetzt. Die Einwirkung des Ammoniaks ist sehr rasch und energisch, so daß sogar merkliche Erwärmung eintritt. Setzt man zuviel Wasser zu, so findet eine Lösung der gebildeten Kupferverbindung statt, wodurch das Zellulosematerial angegriffen, verschmiert und das noch veränderte Kupfer der Einwirkung der Gase entzogen wird. Ist zu wenig Wasser vorhanden, so entstehen braune bis grüne unlösliche Zwischenprodukte.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung einer haltbaren, in Ammoniak zu einer hochkonzentrierten Lösung löslichen Kupferhydroxydzellulose, darin bestehend, daß das Zellulosematerial mit metallischem Kupfer (Zementkupfer) gemischt und letzteres sodann auf der Zellulose in Hydrat übergeführt wird.

2. Eine Ausführungsform des unter 1 beanspruchten Verfahrens, darin bestehend, daß eine Mischung von Zellulose und Kupfer mit Kupfervitriol, Chloralkali und wenig Wasser behandelt und das erhaltene grüne basische Kupfersalz durch Alkali in Hydrat übergeführt wird.

3. Eine zweite Ausführungsform des unter 1. beanspruchten Verfahrens, darin bestehend, daß die Zellulose-Kupfermischung mit Ammoniak, Sauerstoff (Luft) und einer noch keine Lösung der Zellulose herbeiführenden Menge Wasser behandelt wird.

288. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen. Verfahren zur Herstellung von Kupferhydroxydzellulose.

D.R.P. 174 508 Kl. 29b vom 23. II. 1905, Zus. z. D.R.P. 162 866 (gelöscht).

Das Verfahren des Hauptpatentes (s. vorstehend) wird dahin abgeändert, daß das Zellulosematerial statt mit Kupfermetall mit Kupferhydroxydul gemischt der Einwirkung von Ammoniak, Sauerstoff (Luft) und einer noch keine Lösung der Zellulose herbeiführenden Menge Wasser ausgesetzt wird. Hierdurch wird die Reaktionswärme erheblich verringert, die Oxydation in der Ammoniakatmosphäre gleichmäßiger gestaltet, die Löslichkeit des Produktes in Ammoniak beträchtlich erhöht, mithin eine höhere Konzentration und zugleich homogenere Beschaffenheit der Zelluloselösung erzielt.

Nach Mahler.

289. W. Mahler und V. Mahler, Deutschbrod (Böhmen). Abänderung des Verfahrens zur Herstellung hochprozentiger Zelluloselösungen für künstliche Seide, Fäden, Filme usw.

Österr. P. 18 454 Kl. 29b.

Statt Zellulose in Kupferoxydammoniak aufzulösen oder mercerisierte Zellulose nach dem Zusammenreiben mit gepulvertem Kupfer-

sulfat oder einem anderen Kupferoxydsalz direkt in Ätzammoniak zu lösen¹⁾, mischen die Erfinder eine kalt gesättigte Lösung von Kupfersulfat oder einem anderen Kupferoxydsalz innig mit der nötigen Menge reiner, zuerst gebleichter und getrockneter, mit Ätznatronlauge mercerisierter Zellulose. Hierbei soll die Verbindung des Kupferoxydsalzes mit der vorbehandelten Zellulose inniger stattfinden. Man läßt einige Stunden liegen und befreit die so behandelte Zellulose von der überschüssigen wäßrigen Lösung möglichst vollständig, wodurch auch zugleich der größte Teil der schädlichen Ätznatronlauge entfernt wird. Auf diese Art vorbehandelte Zellulose löst sich hochprozentig in Ätzammoniak.

Nach Spence and Sons, Ltd.

290. P. Spence & Sons Limited, Manchester, Engl. Verfahren zur Herstellung einer zum Lösen von Zellulose dienenden Kupferoxydammoniaklösung.

D.R.P. 264 952 Kl. 29 b vom 12. X. 1912 (gelöscht); brit. P. 25 532¹⁹¹¹; franz. P. 449 801; belg. P. 250 441 (auch E. Knecht und Dr. A. Perl).

Nach diesem Verfahren wird das Kupfer in viel feinerer Verteilung niedergeschlagen, als es bisher zur Herstellung von wäßrigen Kupferoxydammoniaklösungen gebraucht wurde, indem aus einem geeigneten Kupfersalz oder der Lösung eines solchen durch ein lösliches Reagens oder die Lösung eines solchen metallisches Kupfer im Zustand allerfeinster Verteilung niedergeschlagen und in diesem Zustand molekularer Verteilung mit Luft oder einem anderen Oxydationsmittel und Ammoniak in Gegenwart von Wasser behandelt wird. Es lassen sich auf diese Weise Kupferoxydammoniaklösungen viel schneller als nach dem zur Behandlung des Kupfers bekannten Verfahren herstellen, und die erhaltenen Lösungen haben infolge eines höheren Prozentgehaltes an Kupfer eine größere Lösungsfähigkeit. Bei der Ausführung des Verfahrens wird die Lösung eines geeigneten Kupfersalzes (z. B. Kupfersulfat) mit Titansesquioxysulfat behandelt und auf diese Weise metallisches Kupfer im Zustand allerfeinster Verteilung niedergeschlagen. Dieses metallische Kupfer wird nach dem Abfiltrieren und Auswaschen mit einer wäßrigen Lösung von Ammoniak in Gegenwart von Luft behandelt, oder es wird Luft und gasförmiges Ammoniak durch Wasser geblasen, in welchem das metallische, im Zustand allerfeinster Verteilung befindliche Kupfer in der Schwebe ist. Statt in gelöster, kann das Kupfersulfat auch in fester Form verwendet werden, z. B. können 100 T. gepulvertes kristallisiertes Kupfersulfat mit der erforderlichen Menge eines Reduktionsmittels, z. B. mit 800 T. einer 20% igen Lösung von Titansesquioxysulfat, vermischt werden. Ebenso kann die Stelle von Kupfersulfat ein anderes Kupfersalz Verwendung finden. Auch die Titansesquioxysalze können durch Salze der niederen Oxyde anderer Metalle ersetzt werden, welche Kupfersalze zu metallischem Kupfer im gewünschten Zustande reduzieren, z. B. durch Chromoxydsalze.

¹⁾ Siehe D.R.P. 109 996, S. 268.

Beispiel. Eine ungefähr 20%ige Lösung von Kupfersulfat wird mit einer ungefähr 20% enthaltenden Lösung von Titansesquioxysulfat in geringem Überschuße vermischt, sodann wird das ausgefallte, im Zustand allerfeinster Verteilung befindliche Kupfer abfiltriert und gewaschen und der Einwirkung einer starken Ammoniaklösung in Gegenwart von Luft ausgesetzt. Auf diese Weise läßt sich schnell und billiger als bisher eine hochprozentige Lösung von Kupferoxydammoniak herstellen, welche zur Auflösung von Zellulose sehr geeignet ist. Während des Oxydationsprozesses verdunstet ein Teil des Ammoniaks und wird durch den Stickstoff oder durch den Stickstoff und die Luft weggeführt. Das so verlorengelassene Ammoniak und der Stickstoff können gegebenenfalls in bekannter Weise wieder gesammelt und von neuem verwendet werden. Auch das infolge der Reduktion des Kupfersulfats erhaltene Titandioxydsulfat kann wieder zu Titansesquioxysulfat reduziert und zur Reduktion weiterer Mengen von Kupfersulfat verwendet werden. Zur Reduktion der Kupfersalze zu metallischem Kupfer ist es im allgemeinen zweckmäßig, die löslichen Salze der niederen Oxyde solcher Metalle als Reduktionsmittel zu verwenden, welche von der dabei entstandenen höheren Oxydationsstufe zur niederen durch Elektrolyse oder andere Mittel wieder reduziert werden können.

Die Vorteile des Verfahrens sind aus den Ergebnissen der folgenden Vergleichsversuche ersichtlich, die unter Zugrundelegung gleicher Gewichtsmengen Kupfer verschiedenen Ursprungs erhalten wurden. Es ergaben:

	Nach 1 Stunde	Nach 3 Stunden	Nach 22 Stunden	
Kupfer nach vorliegendem Verfahren hergestellt . .	0,81%	1,59%	3,69%	Kupfer in Lösung
Naturkupfer	0,43%	0,92%	2,05%	„ „ „
Kupferspäne	0,24%	0,78%	2,9 %	„ „ „

Ferner wurden Versuche gemacht, um den Unterschied in der Zeit festzustellen, welche zur Herstellung einer $2\frac{1}{2}$ % igen Kupferlösung, wie sie gewöhnlich bei der Herstellung von künstlicher Seide zur Verwendung kommt, erforderlich ist. Dabei ergab sich, daß bei Verwendung des nach vorstehendem Verfahren hergestellten Kupfers die verlangte Lösung in $5\frac{1}{2}$ Stunden erhalten wurde, während bei Gebrauch von Kupferfeilspänen mindestens 10 Stunden mehr erforderlich waren. Infolge der kürzeren Zeit des Verfahrens wird weniger Ammoniak durch die Luft mitgerissen, und dementsprechend sind die Unkosten der Wiedergewinnung geringer; oder es können Lösungen mit geringerem Gehalt an Ammoniak verwendet werden. Bei künstlicher Kühlung wird die zu ihrer Aufrechterhaltung erforderliche Zeit ebenfalls geringer, und entsprechend nehmen auch die damit zusammenhängenden Unkosten ab.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung einer zum Lösen von Zellulose dienenden Kupferoxydammoniaklösung, dadurch gekennzeichnet, daß Kupfer im Zustande feinsten Verteilung aus einem ge-

eigneten Kupfersalz oder der Lösung eines solchen durch ein lösliches Reagens, z. B. Titansesquioxysulfat, oder die Lösung eines solchen niedergeschlagen wird, worauf dieses im Zustande molekularer Verteilung befindliche Kupfer, nachdem es erforderlichenfalls gewaschen worden ist, mit Luft und Ammoniak in Gegenwart von Wasser behandelt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Kupfer im Zustande feiner Verteilung mittels eines löslichen Salzes des niederen Oxyds eines Metalls niedergeschlagen und das entstandene Salz der höheren Oxydationsstufe wieder zwecks erneuter Verwendung in das Salz der niederen Oxydationsstufe reduziert wird.

Nach Wassermann.

291. M. Wassermann, Kalk-Köln. Verfahren zur Herstellung von Lösungsflüssigkeit für Zellulose.

D.R.P. 274 658 Kl. 29b vom 10. I. 1913 (gelöscht).

Versuche haben ergeben, daß es gelingt, Lösungen mit einem bis jetzt noch nicht erreichten Kupfergehalt darzustellen, wenn man wie folgt verfährt: 100 ccm Ammoniak vom spez. Gew. 0,91 und 24° Bé werden bei niederer Temperatur mit 25 g Chlorammonium versetzt und in diese Flüssigkeit 25 g Kupferoxydul eingebracht. Diese gehen hierbei vollkommen und schnell in Lösung. Hiernach werden bei Aufrechterhaltung der niedrigen Temperatur 25 ccm Kalilauge von 28%, d. h. 24–25° Bé, oder eine entsprechende Menge Natronlauge hinzugefügt und gut durchgemischt. Der sich bildende hellblaue Niederschlag setzt sich, sofern die Flüssigkeit in der Kälte aufbewahrt wird, in 2–3 Stunden vollständig ab. Die überstehende Flüssigkeit, die einen sehr erheblichen Kupfergehalt besitzt, wird nun abfiltriert und löst Zellulose und Zellstoff in hohem Grade auf.

Die angegebenen Zahlen sind nur als Beispiele gedacht, und die Mischungsverhältnisse können nach oben und unten entsprechend verändert werden. Man kann z. B. mehr oder weniger Chlorammonium anwenden und die Kupferoxydulmenge bis auf 50 g erhöhen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Lösungsflüssigkeit für Zellulose mit besonders hohem Kupfergehalt und dadurch bedingter, hoher Lösungsfähigkeit für Zellulose, dadurch gekennzeichnet, daß pulverförmiges Kupferoxydul unter Zugabe von entsprechenden Mengen Chlorammonium bei niedriger Temperatur in Ammoniak aufgelöst und der Mischung Kali- oder Natronlauge solange zugesetzt wird bis sich ein hellblauer Niederschlag bildet, der sich in der Kälte ziemlich rasch und vollständig absetzt, und von dem die überstehende Lösung abgezogen werden kann.

Über Kuproid der Fa. Wassermann & Jaeger s. Kunststoffe 1913, S. 117.

Über Kupferzelluloselösungen der Kunstseideindustrie s. R. Linkmeyer, Deutsche Faserstoffe und Spinnpflanzen. 5. 25–26.

Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösung.

Nach Société générale pour la fabrication des matières plastiques.

292. La Société générale pour la fabrication des matières plastiques, Paris.

Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen.

D.R.P. 113 208 Kl.29b vom 15.VII.1899 (gelöscht); brit.P. 14 525¹⁸⁹⁹; österr.P.2739.

Vorliegendes Verfahren gestattet, in 24 Stunden eine Lösung von 65 g Zellulose im Liter ohne Anwendung von Kühlen, ohne Elektrizität

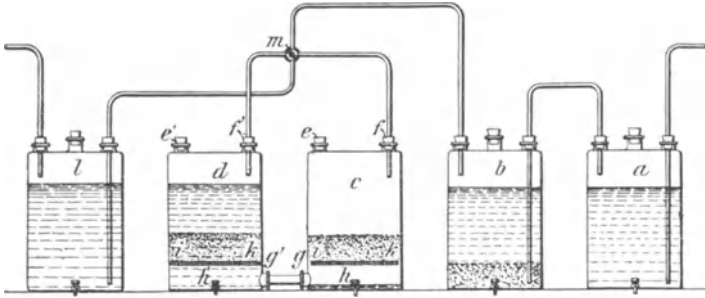


Fig. 192.

und ohne Gefahr irgendwelcher Zersetzung herzustellen. Es besteht darin, 1. beständig vermöge einer besonderen Einrichtung von Apparaten in einem mit Ammoniak gesättigten Medium zu arbeiten, wodurch die Abnahme der Flüssigkeit an Ammoniak und folglich ihre Zersetzung vermieden wird, und 2. gleichzeitig mit Ammoniak geschwängerte Luft auf Kupfer und die gebildete Flüssigkeit auf die Zellulose einwirken zu lassen. Obgleich dieses Ergebnis mit Hilfe eines Gefäßes irgendwelcher Form erhalten werden kann, in welchem

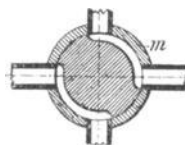


Fig. 193.

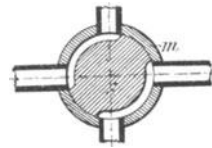


Fig. 194.

sich eine ammoniakalische Kupferoxydlösung, Kupfer und Zellulose befindet, und obgleich es genügt, von Zeit zu Zeit zu schütteln, ist es doch vorzuziehen, dem Apparate die Einrichtung zu geben, welche auf nachstehender Zeichnung dargestellt ist. Fig. 192 stellt einen vertikalen Längsschnitt dar, Fig. 193 und 194 sind Durchschnitte eines Vierweghahnes. Der Apparat besteht aus 5 Gefäßen, *a*, *b*, *c*, *d* und *l* (Fig. 192), welche hermetisch geschlossen sind. Der Behälter *a* ist mit Ammoniak, der Behälter *b* mit Ammoniak und Kupfer gefüllt. Die Behälter *c* und *d* sind mit einer ammoniakalischen Kupferoxydlösung, Kupfer und Zellulose gefüllt. Der Behälter *l* enthält angesäuertes Wasser. In das Gefäß *a* läßt man Luft eintreten, um die Operation zu regeln. Indem die Luft durch das darin enthaltene Ammoniak streicht, sättigt sie sich mit diesem Gas und geht alsdann durch die Flüssigkeit des Behälters *b*, welcher die ammoniakalische Kupferoxydlösung enthält. Aus dem Gefäß *b* streicht die Luft bald

durch den Behälter *c*, bald durch den Behälter *d*. Nach ungefähr 24-stündigem Hindurchstreichen ist die erhaltene Lösung vollkommen homogen, wobei 11 Flüssigkeit 65 g oder nahezu 65 g Zellulose völlig gelöst enthält. Das Gefäß *l* dient zur Gewinnung des überschüssigen Ammoniaks. Wenn die Operation beendet ist, leert man die Gefäße *c* und *d*, indem man in ihnen das Kupfer läßt, welches übriggeblieben ist, gießt in diese den Inhalt des Gefäßes *b*, nachdem man dieser Flüssigkeit die nötige Menge Zellulose hinzugefügt und die innige Mischung bewirkt hat, dadurch, daß man sie zwischen 2 Mahlsteine aus Granit mit exzentrischen Achsen führt; das Gefäß *b* wird mit Ammoniak gefüllt, zu welchem Kupfer, wenn davon nicht mehr genügend vorhanden ist, hinzugefügt wird. Der Apparat ist alsdann von neuem betriebsfertig, indem er gleichzeitig die notwendige Flüssigkeit für den Gebrauch des nächsten Tages erzeugt.

Um darzutun, daß nach vorliegendem Verfahren eine Lösung von vollkommener Homogenität gewonnen wird, sind noch die Gefäße *c* und *d*, welche gewissermaßen nur ein Gefäß bilden, zu beschreiben und ihre Tätigkeit zu erklären. Der obere Teil jedes dieser Gefäße ist mit 2 Öffnungen versehen, deren erstere *e* oder e^1 zur Einführung der Grundstoffe und deren zweite *f* oder f^1 abwechselnd zum Ein- und Austritt der Luft dienen. Der untere Teil jedes dieser Gefäße ist mit einem Rohrstopfen *g* oder g^1 versehen, durch welche die Gefäße *c* und *d* in Verbindung gesetzt werden, und ferner mit Rohren *h* oder h^1 , welche mit Entleerungshähnen versehen sind. Oberhalb der unteren Rohre befinden sich in einer gewissen Entfernung vom Boden durchlöchernde Scheidewände *i k* und $i^1 k^1$. Angenommen, die Luft gehe, wie aus der Zeichnung ersichtlich ist, durch Rohr *f* des Gefäßes *c*, welches die Mischung der ammoniakalischen Kupferlösung, des Kupfers, und der zu lösenden Zellulose enthält, während der Behälter *d*, dessen Öffnung f^1 geöffnet ist, nur Kupfer enthält. Da der Behälter *d* hermetisch geschlossen ist, so wird der Luftstrom das Gemisch durch die Scheidewand *i k*, hierauf durch den Kanal $g g^1$ in das Gefäß *d* und endlich durch die Scheidewand $i^1 k^1$ treiben. Sobald alle Flüssigkeit in das Gefäß *d* eingetreten ist, wird die mit Ammoniak beladene Luft einen Ausweg suchen, durch die Flüssigkeit in Bläschen aufsteigen und durch die Öffnung f^1 entweichen. Wenn nach einiger Zeit die Öffnung f^1 in Verbindung mit der aus dem Gefäß *b* kommenden Luft gesetzt und die Öffnung *f* geöffnet wird, so findet eine Umkehrung statt, die Flüssigkeit wird in das Gefäß *c* getrieben, durchdringt hier die Mischung und entweicht durch *f*. Indem man diesen Vorgang abwechselnd wiederholt, wird die Lösung in vollkommener Weise erzielt und die Flüssigkeit absolut homogen.

Das abwechselnde Öffnen und Schließen von *f* und f^1 vollzieht sich leicht mit Hilfe des in Fig. 193 und 194 dargestellten Hahnes. Die in Fig. 193 angedeutete Stellung leitet das Gas in das Gefäß *c*, die in Fig. 194 angedeutete Stellung läßt das Gas nach Gefäß *d* treten; im ersten Falle empfängt der Behälter *l* den Überschuß der mit Ammoniak gesättigten Luft, welcher aus dem Gefäß *d*, im zweiten Falle denjenigen, welcher aus dem Gefäß *c* kommt. Die Vierteldrehung des Hahnes, wo-

durch die Ein- und Ausströmung geregelt wird, kann automatisch durch irgendwelche mechanische Vorrichtung bewirkt werden. Als zweckmäßig hat sich eine Wasserstrahlvorrichtung erwiesen, wodurch der Luftstrom geregelt werden und folglich das Durchwirbeln der Flüssigkeit in demselben Gefäß beliebig lange erfolgen kann.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung einer kupferoxydammoniakalischen Zelluloselösung, dadurch gekennzeichnet, daß man beständig in einem mit Ammoniak gesättigten Medium arbeitet, wodurch die Abnahme der Flüssigkeit an Ammoniak und folglich ihre Zersetzung vermieden wird, und daß man gleichzeitig die mit Ammoniak geschwängerte Luft auf das Kupfer und die gebildete Flüssigkeit auf die Zellulose einwirken läßt.

2. Zur Aufklärung des in Anspruch 1 gekennzeichneten Verfahrens ein Apparat, welcher im wesentlichen aus miteinander in Verbindung stehenden Gefäßen *a, b, c, d, l* besteht, von denen die Gefäße *c* und *d* durch die Verbindung *g, g¹* gewissermaßen ein Gefäß bilden und welche durch einen Vierweghahn *m* in Verbindung gesetzt werden, derart, daß die Flüssigkeit derselben abwechselnd durch den in *a* mit Ammoniak gesättigten Luftstrom nach *c* oder *d* getrieben werden kann, woselbst sich die Lösung der Zellulose durch die Einwirkung des in Blasen aufsteigenden Luftstromes vollzieht.

Das brit. P. 14 525¹⁸⁹⁹ (J. Chabert) beschreibt noch eingehender die Vorrichtung zum Vermahlen der Zellulose mit der Kupferlösung und Kippgefäße zur Umschaltung des Mehrweghahnes.

Nach Langhans.

293. R. Langhans, Berlin. Verfahren zur Bereitung konzentrierter Lösungen von Kohlenhydraten mittels Kupferoxydammoniak oder Nickeloxydulammoniak.

D.R.P. 140 347 Kl. 29 b vom 8. VI. 1899 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 672 946.

Die Löslichkeit von Zellulose und Seide in Kupferoxydammoniak oder Nickeloxydulammoniak wird durch die Gegenwart von freiem Kupferhydroxyd oder Nickeloxydulhydrat erheblich erhöht. Löst man sorgfältig bereitetes Kupferhydroxyd mit nur so viel Ätzammoniak, daß ein Teil des ersteren ungelöst bleibt, und trägt nach erreichter Sättigung gut gereinigte Zellulose portionsweise unter wiederholtem Umschütteln ein, so kann man bei hinreichender Gegenwart von freiem Kupferhydroxyd die Lösung bis zur Bildung einer sirupösen Masse, welche klar und homogen ist und eine lasurblaue Färbung besitzt, bringen. Mit der Zellulose löst sich zugleich auch das vorhandene freie Kupferhydroxyd. Dieses Verhalten der Zellulose und des Kupferhydroxyds in Verbindung mit dem Umstand, daß der gefällten Zellulose der Kupfergehalt nicht mittels Wasser, sondern nur durch Säure entzogen werden kann, gestattet, die Steigerung der Löslichkeit der Zellulose durch Bildung einer chemischen Verbindung mit Kupferhydroxyd zu erklären. Das vorerwähnte Verhalten zeigen sämtliche Glieder des üblichen Sammelbegriffs Zellulose, d. h. Zellulose irgendwelcher Herkunft (Baumwolle, Flachs, Hanf, Jute, Esparto, Manillahanf usw., Stroh, Holz, Kork usw.,

tierische Zellulose) und Art (Vaskulose, Parazellulose, Fibrose, Lignin, Fungin, Tunizin usw., ferner kolloidale Zellulose), sowie Zelluloseabkömmlinge, wie Oxyzellulose, Hydrozellulose u. dgl. Ebenso verhält sich Seide. Wie beim Kupferoxydammoniak die Gegenwart von Kupferhydroxyd, so wirkt bei Nickeloxydulammoniak die Gegenwart von Nickeloxydul oder Nickeloxydulhydrat fördernd auf die Lösung von Zellulose und Seide. Entgegen den Angaben der Literatur löst sich auch Zellulose, namentlich Oxyzellulose, welche durch Alkali aufgeschlossen wurde, in Nickeloxydulammoniak; aus dieser Lösung ist sie durch Säuren wieder ausfällbar. Die Gegenwart von freiem Nickeloxydulhydrat steigert die Löslichkeit. Im allgemeinen zeigt sich die Nickelammoniumverbindung überhaupt weniger lösungskräftig als die Kupferammoniumverbindung; auch spricht die Bereitungsweise des Nickelhydroxyduls als sehr wichtiger Faktor mit; so zeigt das aus Nitrat bereitete Hydroxydul eine erheblich stärkere Wirkung als das aus Sulfat hergestellte.

Beispiel. Aus 150 g Kupfersulfat sorgfältig vorbereitetes Kupferhydroxyd wird in 1500 g Ätzammoniak (0,910 spez. Gew.) solange mazeriert, als noch Kupferhydroxyd gelöst wird; dann trägt man, indem man den ungelösten Überschuß an Kupferhydroxyd mit der gebildeten gesättigten Kupferhydroxydlösung zusammenläßt, 100 g möglichst reine Zellulose in Teilen von ungefähr 25 g ein. Während die Lösung sich vollzieht, wird öfter umgeschüttelt. Nach Lösung des letzten Anteils ist auch alles Kupferhydroxyd verschwunden, und es würden unmehr von weiter noch zugefügter Zellulose nichts mehr gelöst werden. Die Masse ist sirupös, klar, homogen und von lasurblauer Farbe. Besonders zweckdienlich hat sich die Zellulose erwiesen, welche erhalten wird, wenn man reine Baumwolle, die durch Kochen mit etwa 1% iger wäßriger Ätzalkalilösung, Waschen, Kochen mit etwa 2% iger Salzsäure und wiederholtes Waschengereinigt worden ist, mit einer starken, 15–28% igen wäßrigen Ätzalkalilauge behandelt und nach dem Waschen trocknet.

Patentansprüche: 1. Verfahren der Bereitung konzentrierter Lösungen von Zellulose und Seide in Kupferoxydammoniak oder Nickeloxydulammoniak, dadurch gekennzeichnet, daß man das Lösemittel in Gegenwart von freiem Kupferhydroxyd oder Nickelhydroxydul einwirken läßt.

2. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, bei welcher Zellulose benutzt wird, die nach zuvoriger Reinigung der Behandlung mit einer 15–28% igen wäßrigen Ätzalkalilösung, gefolgt von Waschen und Trocknen, unterzogen worden ist.

Nach Linkmeyer.

294. Société générale de la soie artificielle Linkmeyer, Société anonyme, Brüssel. Verfahren zur Auflösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak.

D.R.P. 183 153 Kl. 29b vom 3. VI. 1904 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 795 526; österr. P. 46 701; franz. P. 346 722; brit. P. 4755 und 4756¹⁹⁰⁵.

Bekanntlich kann man aus Zellulose, die in Kupferoxydammoniak aufgelöst wird, künstliche Fäden mit Seidenglanz erzeugen, wenn man

die Zellulose aus der Lösung wieder zur Abscheidung bringt. In großen Mengen ist die Zellulose in der für diese Fabrikation geeigneten Konzentration ohne weiteres in Kupferoxydammoniak nicht gut löslich. Man behauptet, daß eine solche Auflösung unter Umständen 8 Tage in Anspruch nehmen kann. Zur Erleichterung dieser Auflösung hat man schon eine Reihe Verfahren vorgeschlagen. Die meisten beruhen auf der kräftigen Einwirkung fixer Alkalien vor der Auflösung, durch welche zuvor eine Hydratisierung der Zellulose eintritt. Diese Verfahren zeigen alle erheblichen Nachteile, indem sie teils umständlich sind, zum Teil auch, namentlich bei Anwendung stark oxydierend wirkender Mittel, Lösungen von geringer Viskosität ergeben.

Das vorliegende Verfahren weist diese Nachteile nicht auf. Es wird dadurch eine Lösung von außerordentlich großer Viskosität erzielt, außerdem erfolgt die Auflösung schnell und sicher. Dieser Effekt wird erzielt durch Anwendung desselben Lösungsmittels in verschiedener Konzentration, indem zwei Bäder benutzt werden, deren erstes nur dazu dient, die Fasern zu lockern und Kupferoxyd chemisch mit der Faser zu verbinden, während das zweite zur wirklichen Auflösung der Zellulose dient. Es wurde nämlich gefunden, daß die Lösung der Zellulose sehr gut und schnell erfolgt, wenn man die Baumwolle, nachdem sie gebleicht oder abgekocht worden ist, nicht unmittelbar auflöst, sondern eine Zeitlang trocken oder feucht in ein Kupferoxydammoniakbad von geringer Konzentration einlegt, welches mit etwas Natronlauge versetzt ist. Der Zusatz von Natronlauge hat den Zweck, während des Aufquellens der Zellulose eine gleichzeitige Ablagerung von Kupfer herbeizuführen, wodurch ein vorzeitiges Lösen vermieden wird und nur eine wesentliche Lockerung der Fasern erfolgt, da das Kupferoxyd mit der Faser eine chemische Verbindung eingeht. Dieses Verhalten ist für den erzielten Effekt von besonderer Wichtigkeit und ein solcher beispielsweise nicht zu erhalten, wenn man in bekannter Weise die Zellulose zuerst in wenig Kupferoxydammoniak — ohne Zusatz von Natronlauge — einweicht und dann in der Hauptmenge des Lösungsmittels löst. Die Faser wirkt nämlich durch den Zusatz von Natronlauge anziehend auf das im ersten Bade enthaltene Kupferoxyd, so daß die Faser das Bad gewissermaßen auslaugt und fast sämtliches Kupfer, welches in ihm enthalten war, auf der Faser abgelagert wird. In diesem Zustande lösen sich die Fasern bei der darauffolgenden Einwirkung des eigentlichen Lösungsbades schnell und sicher auf. Es werden Lösungen erhalten von gleichmäßiger Beschaffenheit und außerordentlicher guter Spinnbarkeit. Die Auflösung geht dabei so schnell vor sich, daß die Temperatur ziemlich nebensächlich ist. Es wurde beobachtet, daß die Auflösung bei 10—15° noch sehr gut gelingt.

Es werden z. B. etwa 7 g entfettete oder gebleichte Baumwolle in etwa 150—180 ccm Kupferoxydammoniak, welches ungefähr 12 g Kupfer und 90 g Ammoniak im Liter enthält und dem vorher etwa 6 ccm Natronlauge von 40—50° Bé zugesetzt wurden, eingelegt. Nachdem die Baumwolle etwa 2—3 Stunden oder auch länger in diesem Bade gelegen hat, haben sich die Fasern bedeutend gelockert, und das vom

Ammoniak gelöste Kupferoxyd hat sich auf der Faser abgelagert; sie hat infolgedessen ein tiefblaues Aussehen. Das Fasergut wird nunmehr herausgenommen, abgepreßt und in 100 g Kupferoxydammoniak, welches im Liter ungefähr 16—18 g Kupfer und 200 g Ammoniak enthält, gelöst. Es entsteht sehr bald eine dickflüssige, sehr stark fadenziehende Lösung, welche u. U. mit Wasser verdünnt werden kann. Diese Lösung wird gut filtriert und kann dann auf Kunstfäden weiter verarbeitet werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Auflösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak, dadurch gekennzeichnet, daß die Zellulose zunächst behufs Aufquellung der Faser und Ablagerung von Kupfer auf derselben einige Zeit in ein Natronlauge enthaltendes, weniger konzentriertes Kupferoxydammoniakbad eingelegt und hierauf in einer konzentrierten Kupferoxydammoniaklösung vollständig in Lösung gebracht wird.

295. Société générale de la soie artificielle Linkmeyer, Société anonyme, Brüssel. Verfahren zur Überführung ammoniakalischer Kupferoxydzelluloselösungen in eine für die Fabrikation von künstlichen Fäden besonders geeignete Form.

D.R.P. 183 557 Kl. 29b vom 7. IV. 1904 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 852 126.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren, das eine fadenziehende, viskose Lösung ergibt, die sich gut filtrieren läßt und die außerdem, was von besonderem Vorteil ist, einen ganz geringen Prozentsatz von Ammoniak enthält. Es wurde nämlich gefunden, daß man den Zelluloselösungen einen sehr großen Teil des Ammoniaks entziehen kann, der vorher zur Auflösung der Zellulose nötig war, ohne daß eine Ausscheidung der Zellulose stattfindet. Zur Entziehung des Ammoniaks bedient man sich der Luftleere. Wird diese durch eine entsprechend gebaute Pumpe erzeugt, so kann man die abgesaugten Ammoniakgase sofort wieder in Wasser lösen. Man kann infolgedessen zur Auflösung der Zellulose außergewöhnlich starke Ammoniaklösungen verwenden, wodurch eine gute Auflösung der Zellulose bewirkt wird, ohne daß hierbei ein Verlust an Ammoniak eintritt. Die Ausführung des Verfahrens geschieht am besten derart, daß die Masse in einem geeigneten Vakuumapparat unter Luftleere durchgearbeitet wird, wobei dafür Sorge getragen wird, daß die Temperatur der Lösung nicht zu sehr sinkt. Die Eigenschaft der Zellulose, sich während der oben beschriebenen Behandlung nicht auszuscheiden, ist um so überraschender, als es feststeht, daß eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung sich schon bei einigem Stehen an der Luft mit einem Häutchen ausgeschiedener Zellulose überzieht. Bei der Behandlung im Vakuum tritt dies nicht ein, sondern die Masse bleibt vollkommen homogen und die Zellulose gelöst. Die Lösung wird durch das Verfahren natürlich verhältnismäßig reicher an Zellulose und stellt eine dickflüssige Masse dar, die bei Berührung mit Fällmitteln sehr leicht erstarrt und auch aus diesem Grunde zur Herstellung von Fäden sehr gut geeignet ist. Außerdem hat das vorliegende Verfahren den Vorteil, daß die als Ausgangsmaterial dienende ammoniakreiche Lösung

dünnflüssig ist und sich leicht filtrieren läßt. Dickflüssig wird sie erst nach der Entziehung des Ammoniaks. Ein weiterer wesentlicher Vorteil besteht darin, daß man das Ammoniak in reiner freier Form durch einfaches Absaugen wieder gewinnt, während es bei den bisherigen Verfahren als Salz mit Kupfer verunreinigt im Fällungsbade enthalten ist und aus diesen Verbindungen erst freigemacht werden muß.

Patentanspruch: Verfahren zur Überführung ammoniakalischer Kupferoxydzelluloselösungen in eine für die Fabrikation von künstlichen Fäden besonders geeignete Form, dadurch gekennzeichnet, daß der Zelluloselösung vor ihrer Weiterverarbeitung auf Fäden durch Absaugen im Vakuum Ammoniak entzogen wird, wobei die Masse zur Erleichterung der Ammoniakentziehung gerührt oder geknetet werden kann.

296. Société générale de la soie artificielle Linkmeyer, Société anonyme, Brüssel. Verfahren zur Überführung ammoniakalischer Kupferoxydzelluloselösungen in eine für die Fabrikation von künstlichen Fäden besonders geeignete Form.

D.R.P. 187 313 Kl. 29b vom 9. VI. 1904, Zus. z. P. 183 557 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 852 126.

Die im Hauptpatent (s. vorstehend) beschriebene Entfernung des Ammoniaks erfolgt bequemer, wenn man der Lösung entsprechende Mengen von Luft zuführt. Voraussetzung ist, daß diese Luft sehr gut mit der Lösung gemischt wird. Dabei tritt schon ohne Anwendung von Vakuum eine genügende Herabsetzung der Alkalität ein, und zwar ohne daß eine Ausscheidung der Zellulose stattfindet, sofern man die Behandlung nicht zu lange fortsetzt. An Stelle von Luft kann auch jedes andere neutrale Gas Verwendung finden. Das Verfahren kann auch mit dem im Patent 183 557 beschriebenen derart vereinigt werden, daß man die Lösung zuerst im Vakuum behandelt und dann die Einwirkung der Luft aussetzt. Es gelingt jedoch auch in umgekehrter Weise, d. h. durch Einblasen von Luft und darauffolgende Anwendung des Vakuums, eine entsprechende Herabsetzung der Alkalität zu erzielen. Man hat es durch das neue Verfahren in der Hand, jeden gewünschten Grad der Alkalität herbeizuführen. Hierdurch wird die Ausführung des in dem Hauptpatent beschriebenen Verfahrens wesentlich erleichtert.

Patentanspruch: Ausführungsform des Verfahrens nach Patent 183 557, dadurch gekennzeichnet, daß der Kupferoxydammoniakzelluloselösung Ammoniak durch Einblasen von Luft entzogen wird.

297. R. Linkmeyer. Verfahren zur Herstellung haltbarer Lösungen zum Verspinnen und für andere Zwecke.

Ver. St. Amer. P. 962 770; franz. P. 404 372; brit. P. 14 112¹⁹⁰⁹; schweiz. P. 48 679 (Ph. Friedrich); D.R.P. 237 716 Kl. 29b vom 26. VI. 1908 (gelöscht), Zus. z. P. 228 872 vom 20. II. 1908 (Glanzfasern Akt.-Ges., Berlin), s. S. 284; österr. P. 59 032 (Ph. Friedrich).

Zur Herstellung haltbarer ammoniakalischer Kupferoxydzelluloselösungen hat man diesen bereits Kohlenhydrate einverleibt¹⁾. Es wurde gefunden, daß für denselben Zweck auch andere organische Stoffe mit

¹⁾ Siehe S. 284.

Vorteil verwendbar sind, z. B. mehrwertige Alkohole, wie Mannit. Der Zusatz dieser Stoffe liefert Lösungen, die viel höhere Temperaturen vertragen als solche mit reiner Zellulose. Die Stoffe können der fertigen Lösung zugesetzt werden oder auch in irgendeinem Stadium der Herstellung der Zelluloselösung. Neben den mehrwertigen Alkoholen können auch Kohlenhydrate, wie Zucker oder Gummiarten, verwendet werden. Es werden z. B. 400 g Kupfersulfat in Wasser gelöst und mit 240 ccm Natronlauge 38° Bé, die mit Wasser verdünnt sind, gemischt. Dann werden 20 g Mannit, in Wasser gelöst, zugesetzt, die von dem gebildeten Kupferhydroxyd aufgenommen werden. Man trägt dann 200 g fein verteilte Baumwolle ein, trennt in der Presse die Flüssigkeit von dem Festen und löst den Rückstand in 1000 ccm Ammoniakflüssigkeit vom spez. Gew. 0,910. Mit dem Ammoniak oder bald nach dessen Zusatz werden weitere Mengen der genannten organischen Stoffe zugesetzt. Man erhält vollkommen homogene Spinnlösungen.

Der Anspruch des deutschen Patent es lautet:

Abänderung des durch Patent 228 872 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß auf übliche Weise gewonnene Kupferoxydammoniakzelluloselösungen statt mit Kohlenhydraten mit 4- und höherwertigen Alkoholen, z. B. Dulcit oder Mannit, versetzt werden.

Nach Friedrich.

298. E. W. Friedrich. Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösung mittels Alkylamine.

Franz. P. 357 171; Ver. St. Amer. P. 813 878; brit. P. 17 164¹⁹⁰⁵.

Statt kupferoxydammoniakalischer Lösungen werden hier Lösungen von Kupferoxyd in einem Alkylamin (Monomethylamin u. a.) verwendet. Mit diesen Basen erhält man konzentrierte Lösungen als mit Ammoniak, auch braucht man weniger Base als Ammoniak, und die Lösungen sind viskoser und zersetzen sich nicht bei gewöhnlicher Temperatur. Die Koagulierung der Fäden aus den Lösungen erfolgt sehr rasch, die Fäden sind sehr elastisch, so daß Fadenbrüche fast nie vorkommen. Das Auswaschen der Fäden vollzieht sich sehr leicht. Vor der Auflösung kann die Zellulose durch Mercerisieren, Hydratation, Oxydation usw. aufgeschlossen werden. Man befeuchtet z. B. 320 g gut gereinigte Zellulose mit heißem Wasser, preßt stark ab und bringt die feuchte Masse in 3400 ccm Natronlauge von 30° Bé. Nach beendeter Mercerisierung gibt man langsam unter starkem Rühren 250 g gepulvertes Kupfersulfat zu, filtriert, preßt und gibt zu der fein zerteilten Masse unter Vermeidung von Temperaturerhöhungen eine 33% ige Monomethylaminlösung. Man erhält eine gelatinöse Masse und dann eine Lösung.

299. E. W. Friedrich. Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen für die Fabrikation künstlicher Seide.

Franz. P. 364 066; brit. P. 6072¹⁹⁰⁶.

Zellulose, die durch Behandlung mit wäßriger Chlor- oder Chlorkalklösung oder mit Natronlauge 30° Bé oder mit Schwefelsäure 50° Bé

in Oxy-, Hydro-, Hydrat- oder kolloidale Zellulose übergeführt ist, wird in ammoniakalischen oder Alkylaminlösungen basischer Kupfersalze, z. B. von basischem Kupferkarbonat, -sulfat, -phosphat oder -acetat, aufgelöst. Ist die Temperatur nicht zu hoch, so erhält man Lösungen von 10% und mehr Zellulose. Die Lösungen sind fünfmal länger haltbar als die bekannten Lösungen bei derselben Temperatur. Molekulare Verhältnisse brauchen bei ihrer Herstellung nicht innegehalten zu werden. Als Fällmittel dienen Säuren, Alkalien, Salzlösungen, Kohlenwasserstoffe, Alkohol usw.

300. E. W. Friedrich, Blaton (Belgien). Verfahren zur Herstellung von ammoniakarmen Metallammoniak-Zelluloselösungen. D.R.P. 189 359 Kl. 29b vom 12. XII. 1905 (gelöscht); franz. P. 372 002; brit. P. 27 727¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 850 571.

Bei der bisher üblichen Art der Herstellung derartiger Lösungen war es, um eine vorzeitige Koagulierung zu vermeiden, notwendig, bei einem gewissen Zellulosegehalt der Lösung eine bestimmte Menge überschüssigen Ammoniaks zu verwenden. Dieses überschüssige Ammoniak konnte zwar nach Neutralisierung wieder gewonnen werden, es traten aber hierbei die bei derartigen Operationen unvermeidlichen Verluste ein; außerdem ging das Neutralisierungsmittel verloren. Man konnte nicht den Weg einschlagen, zunächst eine konzentrierte Lösung der Zellulose herzustellen, was schon an und für sich technische Schwierigkeiten bietet, und diese Lösungen dann durch Wasserzusatz auf den gewünschten Gehalt zu verdünnen, weil hierbei sehr leicht eine Wiederauscheidung der Zellulose eintrat.

Es hat sich nun als möglich erwiesen, eine Lösung von gleichem Zellulosegehalt wie die bisher üblichen, aber unter Verwendung wesentlich geringerer Mengen Ammoniak, z. B. nur der Hälfte, in der Weise herzustellen, daß man, anstatt die gesamte Lösung auf einmal herzustellen, zunächst nur einen Teil der aufzulösenden Zellulose zur Herstellung einer Lösung mit dem üblichen Gehalt an Ammoniak verwendet, dieser Lösung aber alsdann den Rest der Zellulose in einzelnen Teilmengen gleichzeitig mit neuen Mengen Ammoniak zuführt, wobei das Ammoniak an Konzentration abnimmt. Wenn man eine 5%ige Zelluloselösung nach den bisher üblichen Verfahren herstellen wollte, so mußte man auf 50 g Zellulose 1 l gewöhnliche Ammoniakflüssigkeit rechnen. Nach dem vorliegenden Verfahren kann man dagegen zur Lösung der gleichen Menge mit 500 ccm der gleichen Ammoniakflüssigkeit auskommen und den Rest durch Wasser ersetzen.

Man kann beispielsweise wie folgt verfahren. Auf 50 g hydratisierter Zellulose wird basisches Kupfersulfat nach dem durch die Formel $3 \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5 + 4 (\text{CuSO}_4 + 5 \text{H}_2\text{O}) + 6 \text{KOH}$ bestimmten Verhältnis ausgefällt. Die so präparierte Zellulose wird in 4 gleiche Teile geteilt. Von diesen Teilen wird einer in 250 ccm Ammoniakflüssigkeit von 18 bis 20° Bé gelöst. Zu der so erhaltenen Lösung fügt man nach und nach die 3 anderen Teile, und zwar unter gleichzeitigem Zusatz von im ganzen nochmals 250 ccm der gleichen Ammoniakflüssigkeit, die

man auf die einzelnen Anteile der Zellulose verteilt, und zwar derart, daß die Ammoniakflüssigkeit für jede folgende Menge mit Wasser stärker verdünnt wird als für die vorhergehende, und daß schließlich die gesamte Flüssigkeitsmenge 1 l beträgt. Man hat nur darauf zu achten, daß bei dem letzten Anteil die Ammoniakflüssigkeit noch im Verhältnis Wasser: Ammoniakflüssigkeit wie 1 : 1 bis 1 : $\frac{3}{4}$ verdünnt wird, weil bei Anwendung schwächerer Ammoniakflüssigkeit leicht eine Koagulation der Lösung eintreten kann. Die erhaltene Lösung wird filtriert, wobei es genügt, sie durch ein Metalltuch mit der Maschenweite 160—180 laufen zu lassen und bildet dann eine gut spinnbare viskose und haltbare Flüssigkeit, die in üblicher Weise zu Kunstfäden, Filmen od. dgl. weiter verarbeitet werden kann.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von ammoniakarmen Metallammoniak-Zelluloselösungen unter absatzweisem Auflösen von Zellulose bei Gegenwart von Kupferhydroxyd oder anderen Metallverbindungen, die in ammoniakalischer Lösung Zellulose zu lösen vermögen, dadurch gekennzeichnet, daß man aus einem Teil des zu lösenden Materials, wie Zellulose, Seide od. dgl., in Gegenwart von Kupferhydroxyd od. dgl. eine ammoniakalische Lösung in den bisher üblichen Mengenverhältnissen herstellt und zu dieser Lösung absatzweise den Rest des Materials mit den entsprechenden Kupferhydroxydmengen od. dgl. und gleichzeitig weitere Mengen Ammoniak unter stets zunehmender Verdünnung des letzteren hinzufügt, dabei aber eine Ausfällung durch übermäßige Verdünnung des Ammoniaks vermeidet.

Nach Glanzfäden Aktien-Gesellschaft.

301. Glanzfäden Aktien-Gesellschaft, Berlin. Verfahren zur Herstellung haltbarer Spinnlösungen für Kunstfäden u. dgl. D.R.P. 228 872 Kl. 29 b vom 20. II. 1908 (gelöscht); österr. P. 46 861; franz. P. 400 321 (Ph. Friedrich); schweiz. P. 45 764; brit. P. 4104¹⁹⁰⁹; Ver. St. Amer. P. 945 559 (R. Linkmeyer).

Es wurde gefunden, daß Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, die wegen ihrer Wärmeempfindlichkeit sonst nur unter guter Kühlung hergestellt und aufbewahrt werden können, einen hohen Grad von Beständigkeit erlangen, wenn ihnen andere Kohlenhydrate einverleibt werden. Sie vertragen dann ohne Schädigung Temperaturen von 30—40° und können infolgedessen ohne jede Kühlung aufbewahrt werden. Dazu kommt, daß die hergestellten Produkte eine außerordentliche Wasserfestigkeit und Elastizität aufweisen. Feine daraus gewonnene Fasern kleben nicht aneinander und besitzen einen starken Seidenglanz. Die Verarbeitung der Lösungen gestaltet sich einfach; denn die aus ihnen geformten Gebilde werden merkwürdigerweise beim einfachen Verdunsten des Ammoniaks an der Luft vollkommen durchsichtig und behalten diese wertvolle Eigenschaft bei allen folgenden Maßnahmen bei. Ähnliche Gebilde konnten bisher aus reinen Kupferoxydammoniakzelluloselösungen nur durch Koagulieren mittels Alkalien erhalten werden; aber auch diesen sind die nach der Erfindung erhältlichen Produkte an Festigkeit und Elastizität überlegen. Sie können zudem ohne jede

vorherige Entkupferung getrocknet werden, ohne ihre Durchsichtigkeit einzubüßen, während die auf bekannte Weise aus reinen Zelluloselösungen hergestellten Produkte unter gleichen Verhältnissen undurchsichtige spröde Massen bilden würden. Dieser Umstand ist von besonderer Wichtigkeit; denn die Fertigstellung z. B. von Kunstfäden erfordert nach dem Spinnen eine Reihe von Maßnahmen, die man bisher unmittelbar nach dem Spinnen, also unter Verhältnissen vornehmen mußte, unter denen die Fäden besonders empfindlich sind. Arbeitet man dagegen nach dem vorliegenden Verfahren, so hat man es vollständig in der Hand, die Aufarbeitung der Rohfäden vor oder nach dem ersten Trocknen vorzunehmen; denn diese sind, wie sich aus vorstehendem ergibt, auch nach dem Trocknen, und zwar vermöge der dadurch gewonnenen Widerstandsfähigkeit, ganz besonders zur Aufarbeitung geeignet. Für das neue Verfahren können die meisten Kohlenhydrate angewandt werden. Sehr gute Ergebnisse werden erzielt mit Hexosen, Hexobiosen oder Polysacchariden. Man wendet etwa 25% vom Gewicht der Zellulose an, z. B. wird in einer Knetmaschine auf eine der üblichen Weisen eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung von 7% Zellulose bereitet, wobei man zwecks Erhöhung der Löslichkeit des Kupferoxydhydrates dem Ammoniak eine geringe Menge Glycerin zusetzt. Es ist dann nicht mehr Ammoniak (reines NH_3) nötig, als das Gewicht der Zellulose ausmacht. Der so innerhalb kurzer Zeit ohne jede Kühlung gewonnenen Lösung fügt man ungefähr 35% vom Gewicht der Zellulose an Kartoffelsirup nach und nach zu, worauf man das Ganze noch einige Zeit durchknetet. Die Masse ist dann zur Verwendung fertig.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung haltbarer Spinnlösungen für Kunstfäden u. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß auf übliche Weise gewonnene Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mit Kohlenhydraten versetzt werden.

302. Glanzfäden Aktien-Gesellschaft, Berlin. Verfahren zur Herstellung haltbarer Spinnlösungen für Kunstfäden u. dgl. D.R.P. 230 141 Kl. 29b vom 31. III. 1908 (gelöscht), Zus. z. P. 228 872; franz. P. 10 723, Zus. z. P. 400 321 (Ph. Friedrich); brit. P. 7617¹⁹⁰⁹; schweiz. P. 48 576; Ver. St. Amer. P. 979 013 (R. Linkmeyer); österr. P. 47 147 (Ph. Friedrich).

Durch das Hauptpatent (s. vorstehend) ist ein Verfahren zur Herstellung haltbarer Spinnlösungen für Kunstfäden u. dgl. geschützt, das darin besteht, daß Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak andere Kohlenhydrate hinzugesetzt werden. Es wurde nun gefunden, daß Lösungen mit denselben wertvollen Eigenschaften dadurch erhalten werden können, daß man zur Auflösung in dem Kupferoxydammoniak solche Stoffe verwendet, die beide Kohlenhydratarten bereits enthalten, und zwar im besonderen Pflanzenteile, die tunlichst frei von Farbstoffen und Eiweißarten sind. So werden mit Reisschalen, die als Abfall beim Entschälen der Reiskörner gewonnen werden, die besten Ergebnisse erzielt. Dabei wurde festgestellt, daß es zweckmäßig ist, durch Behandlung mit chemischen Mitteln, z. B. Kochen und Bleichen, denjenigen

Teil der Extraktstoffe, der weniger fest mit der Rohfaser gebunden ist, zu entfernen. Der für die Produkte des neuen Verfahrens wertvollere Teil bleibt hierbei an die Faser gebunden. Man kocht z. B. Reisschalen unter Zusatz von Alkalien ab, bleicht sie dann weiß und wässert die Masse schließlich gut aus. Darauf bringt man die Schalen in Kupferoxydammoniak zur Auflösung; diese ist nach kurzer Zeit vollendet. Die auf diese Weise erhaltene Lösung hat dieselben wertvollen Eigenschaften wie die nach dem Verfahren des Hauptpatentes hergestellten Lösungen.

Patentanspruch: Abänderung des durch das Patent 228 872 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß man Pflanzenteile, die neben Zellulose andere Kohlenhydrate enthalten, nachdem sie durch Kochen und Bleichen aufgeschlossen und entfärbt sind, in Kupferoxydammoniaklösungen auflöst.

303. Glanzfäden Aktien-Gesellschaft, Berlin. Verfahren zur Herstellung haltbarer Spinnlösungen für Kunstfäden od. dgl.

D.R.P. 241 921 Kl. 29b vom 7. VII. 1909 (gelöscht), Zus. z. P. 228 872.

Nach dem Hauptpatent 228 872 und dem Zusatzpatent 237 716¹⁾ werden Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mit Kohlenhydraten oder mehrwertigen Alkoholen versetzt. Wie im Hauptpatent beschrieben, erfolgt bei Gegenwart der genannten organischen Stoffe die Lösung der Zellulose in Kupferoxydammoniak, ohne daß eine Kühlung der Masse während ihrer Bereitung erforderlich wäre, auch bleibt die so gewonnene Spinnmasse äußerst haltbar und indifferent gegen die Einwirkung höherer Temperaturen. Nach dem im Hauptpatent angeführten Beispiel werden die in Frage kommenden organischen Stoffe gleich nach Ansetzung der Zelluloselösung der letzteren zugefügt, worauf die Masse solange geknetet wird, bis eine homogene Lösung entstanden ist.

Bei der Herstellung großer Mengen von Spinnlösung, wie der Großbetrieb es erfordert, hat sich nun diese Maßnahme nicht als praktisch erwiesen, indem es Schwierigkeiten bereitet, die Spinnmasse so schnell und so gleichmäßig mit den Kohlenhydraten usw. zu versetzen, daß deren lösungsfördernde Eigenschaften voll zur Geltung kommen. Es erweist sich daher als ratsam, das Versetzen der Lösung mit den vorgeschlagenen organischen Stoffen so vorzunehmen, daß eine möglichst gleichmäßige Einwirkung der Stoffe auf die zu lösende Spinnmasse erfolgen kann, und dieses geschieht zweckmäßig, indem die Kohlenhydrate usw. bereits der ungelösten Zellulose einverleibt werden oder wenigstens beim Einsetzen des Lösungsvorganges schon in der Spinnmasse vorhanden sind.

Beispiel. 400 g Kupfersulfat werden in 1500 ccm Wasser gelöst und 240 ccm Natronlauge von 38° Bé, mit 1000 ccm Wasser verdünnt, hinzugefügt. Darauf werden 20 g Dextrin, in Wasser gelöst, zugesetzt. Nun gibt man 200 g fein zerschnittene Baumwollfaser zu und trennt dann durch Filterpressen die Flüssigkeit, welche das entstandene Glaubersalz enthält, von dem Faserteig. Der letztere enthält jetzt das Kupfer-

¹⁾ Siehe S. 284 und 281.

oxydhydrat nebst den organischen Stoffen. Nun gibt man 1000 ccm Ammoniak vom spez. Gew. 0,910 zu. Auf diese Weise wird eine gleichmäßige Versetzung der Spinnmasse mit den organischen Stoffen erzielt, so daß in kurzer Zeit eine völlig gleichmäßige und haltbare Spinnlösung entsteht.

Patentanspruch: Ausführungsform des durch das Patent 228 872 und das Zusatzpatent 237 716 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß die organischen Stoffe entweder der Zellulose oder der Kupferoxydammoniakmischung vor deren Verarbeitung miteinander einverleibt werden.

304. Glanzfäden Aktien-Gesellschaft, Petersdorf i. Riesengeb. Verfahren zur Herstellung haltbarer spinnbarer Kupferoxydammoniakzelluloselösungen unter Mitverwendung von Zuckerarten für Kunstfäden od. dgl.

D.R.P. 306 107 Kl. 29b vom 13. X. 1917 (gelöscht); schweiz. P. 79 659; brit. P. 145 035; franz. P. 516 916; österr. P. 83 368; Ver. St. Amer. P. 1 421 707 (P. H. Minck, The Chemical Foundation Inc.); schwed. P. 44 992.

Die Herstellung von Zellstofflösungen nach dem Kupferoxydammoniakverfahren gelang anfänglich nur dann, wenn hierbei durchweg Temperaturen von $+4^{\circ}$ C eingehalten wurden, auch war es erforderlich, die fertige Lösung bis zu ihrer Verspinnung bei dieser Temperatur aufzubewahren [Patentschrift 98 642¹⁾]. Später wurde dann die Verwendung von Zucker für die Herstellung haltbarer Zellstofflösungen bei normaler Temperatur vorgeschlagen. Die Patentschrift 228 872²⁾ beschreibt z. B. die Einverleibung von Kohlenhydraten in Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, die Patentschrift 237 716³⁾ das Versetzen solcher Lösungen mit vier- und höherwertigen Alkoholen wie Dulcitol oder Mannit und die Patentschrift 241 921 (s. vorstehend) bringt eine besondere Ausführungsform, darin bestehend, daß die organischen Stoffe der Zellulose oder der Kupferoxydammoniakmischung vor deren Verarbeitung miteinander einverleibt werden. Aus diesen Patentschriften geht eine gewisse Unsicherheit hinsichtlich der Wahl der organischen Zusatzstoffe und ihrer sachgemäßen Verwendung bei der Herstellung der Zellstofflösungen hervor, und tatsächlich hat auch eine solche bis vor kurzem bestanden. Erst auf Grund der im Großbetrieb gesammelten langjährigen Erfahrungen konnte für die bei der Lösung des Zellstoffes in Kupferoxydammoniak auftretenden verwickelten Reaktionen eine restlose Erklärung gefunden werden.

Es hat sich zunächst gezeigt, daß sich für die praktische Anwendung des Verfahrens im Großbetrieb am besten Zuckerarten eignen, da diese in der erforderlichen Reinheit beschafft werden können, um ihre möglichst schnelle restlose Verbrennung innerhalb der Spinnmasse zu gewährleisten und eine Verfärbung des Zellstoffes zu verhindern, beides Punkte, von denen die Spinnbarkeit und das Aussehen des fertigen Spinnstoffes abhängen. Die Patentschrift 228 872 macht geltend, daß die

¹⁾ Siehe S. 183. — ²⁾ Siehe S. 284. — ³⁾ Siehe S. 281.

mit Zucker versetzten Spinnmassen haltbarer sind und die daraus gesponnenen Kunstfäden höhere Festigkeit und Elastizität neben einem sehr starken Seidenglanz besitzen. Diese Behauptungen treffen aber nur dann zu, wenn bei der Herstellung der Lösung die Zuckerarten je nach ihrer charakteristischen Wirkung richtig gewählt worden sind und in bestimmten genau erwogenen Mengen zur Anwendung kommen.

Die Patentschrift 228 872 nennt in dem angeführten Beispiel Kartoffelsirup und bestimmt dessen Menge auf 35% des Zellulosegewichts. Eine derartige zubereitete Lösung würde keine Verbesserung gegenüber den ohne Zucker hergestellten Spinnmassen ergeben; allenfalls ließe sich noch eine größere Haltbarkeit nachweisen, der aber schwerwiegende Nachteile gegenüberstehen. Die Menge von 35% ist bei weitem zu hoch und hinterläßt derartige Mengen schleimiger Stoffe in der Lösung, daß die Filterstoffe, welche die Spinnmassen durchlaufen müssen, sich in kürzester Zeit zusetzen; ebenso treten an den sehr feinen Düsenlöchern sofort Verstopfungen aus dem gleichen Grunde auf. Ein Verspinnen solcher Massen hat sich daher im Großbetriebe als unmöglich erwiesen. Außerdem nimmt das Gespinnst infolge der im Kartoffelsirup noch enthaltenen Verunreinigungen eine kräftig gelbe Färbung an, die nicht mehr zu entfernen ist, und der erstrebte Hochglanz der Kunstfäden wird durch die auf ihrer Oberfläche eintrocknenden Schleimmassen erheblich beeinträchtigt. Die Festigkeit der Fäden leidet ebenfalls empfindlich, indem sich die Moleküle des Kartoffelsirups, dessen Menge 35% betragen soll, bei der Fällung zwischen den Molekülen des Zellstoffes ein-kapseln. Der Zucker soll überhaupt nicht einen physikalischen Teil des fertigen Fadens ausmachen, sondern dieser soll aus reinem Zellulosehydrat bestehen. Es ist daher verkehrt, Zucker in größeren Mengen zu verwenden, da er dann nur als schädlicher Ballast in den Spinnlösungen wirkt.

Es ist erst jetzt klar zutage getreten, daß der Zucker ausschließlich chemische Wirkung auszuüben hat, und zwar in zwei verschiedenen Richtungen, die das Wesen der vorliegenden Erfindung ausmachen. Die erste Wirkung besteht in der Reduktion des Kupfersalzes und des Zellstoffes, die beide während der Herstellung der Spinnlösungen eine starke Neigung zur Oxydation zeigen. Wird die letztere unterbunden, so ist die Löslichkeit des Kupferoxyds in Ammoniak erheblich höher, die Auflösung der Zellulose entsprechend schneller und restloser und die entstandene Spinnlösung ist haltbar. Es eignen sich für diese erstrebte Wirkung diejenigen Zuckerarten, welche schon in ganz geringen Mengen bei normaler Temperatur scharf reduzierend wirken. Die hierfür geeigneten Arten gehören der Gruppe der Traubenzucker an, den Hexosen, Glykosen oder Monosacchariden, die alle der Formel $C_6H_{12}O_6$ entsprechen. Unter ihnen eignet sich wieder am besten der Stärkezucker und der Invertzucker. Von letzteren Zuckerarten genügt bereits $\frac{1}{4}\%$ auf das Zellulosegewicht berechnet, um eine kräftige und genügende Gegenwirkung gegen die Oxydationsneigung des Kupfersalzes und des Zellstoffes während der Zubereitung der Spinnlösungen zu erzielen. Derartig zubereitete Spinnlösungen können verhältnismäßig hohe Tempera-

turen vertragen und sind dauernd haltbar, wenn sie in verschlossenen Gefäßen aufbewahrt werden.

Dagegen haben sich beim Verspinnen solcher Lösungen und in der Beschaffenheit des aus ihnen gefertigten Gespinstes Schwierigkeiten ergeben. Mit der Reduktion des Kupfersalzes und des Zellstoffes mittels Stärkezucker geht eine wasserabspaltende Wirkung zusammen (Dehydratisierung), die die Gleichmäßigkeit der Spinnmasse und ihre Spinnfähigkeit, die gerade eine vollendete Gleichmäßigkeit verlangt, beeinträchtigt. Die feinen Fädchen besitzen bei ihrem Austritt an den Düsenlöchern nicht die erforderliche Ausziehbarkeit und reißen daher im Fällbade leicht ab; auch ist der fertige Faden hart und wenig elastisch. Diese Erscheinung erklärt sich damit, daß der ursprüngliche Zellstoff infolge der wasserabspaltenden Wirkung des Stärkezuckers nicht genügend chemisch gebundenes Wasser in seinem gelösten Zustande aufnehmen kann, um beim Verspinnen der Lösung im Spinnbad als vollwertiges Zellulosehydrat gefällt zu werden, in welcher Form erst das Gespinst seine günstigsten Eigenschaften hinsichtlich Festigkeit, Elastizität und Glanz erhält.

Für die Beseitigung dieses Übelstandes dienen nun andere Zuckerarten, welche im Gegensatz zu Stärke- und Invertzucker eine ausgesprochen wasseranlagernde, hydratisierende Eigenschaft auf Zellstoff und Kupfersalze ausüben, während sie gleichzeitig deren Oxydation verhindern. Diese Zuckerarten werden von der Rohrzuckergruppe, den Disacchariden umfaßt, und unter ihnen erweist sich raffinierter Rübenzucker als die vorteilhafteste Art. Die Disaccharide leisten also eine ganz besondere Arbeit in dem Aufbau der Zellstofflösungen, die der Wirkung der Traubenzucker diametral gegenübersteht. Eine mit ganz geringen Mengen von Stärkezucker versetzt haltbare Zellstofflösung wird erst dann spinnfähig, wenn durch einen Zusatz von Rohrzucker die Hydratisierung des Zellstoffes bewirkt worden ist. Diese Wirkung scheint auf katalytischem Wege einzutreten, da schon eine Menge von etwa 2%, auf das Gewicht des Zellstoffes berechnet, im Mittel genügt, um diesen in die erstrebte Hydratform zu überführen. Maßgebend für die Bestimmung der Rohrzuckermenge ist auch der Zustand des Zellstoffes. Wenig oder gar nicht abgebaute Zellulose verlangt eine geringe Erhöhung des Zusatzes. Da die Formel für Rohrzucker und Zellulosehydrat die gleiche ist, nämlich $C_{12}H_{22}O_{11}$, so erscheint diese gegenseitige Beeinflussung der verwandten Körper auch theoretisch erklärlich. Bei dem vorliegenden Verfahren sind die angewandten Zuckermengen (zusammen ungefähr $2\frac{1}{4}\%$) so gering, daß eine Verunreinigung der Spinnlösung durch sie nicht stattfinden kann. Sie verbrennen zu Kohlensäure und Wasser, nachdem sie ihre Wirkung erfüllt haben. Ein Ersatz des Rohrzuckers durch Traubenzucker ist nach den gemachten Feststellungen ausgeschlossen; ein Ersatz des Traubenzuckers durch Rohrzucker ist theoretisch denkbar, aber praktisch nicht durchführbar, da die reduzierende Wirkung des Rohrzuckers erst bei höheren Temperaturen einsetzt und auch dann nur etwa $\frac{1}{30}$ der Reduktionskraft des Traubenzuckers beträgt. Wollte man die für die Haltbarkeit der Spinn-

massen erforderliche Reduktion des Kupfersalzes und des Zellstoffes durch Rohrzucker bewirken, so wären solch große Mengen zu verwenden, daß die Spinnfähigkeit solcher Massen infolge der aus dem Zucker entstehenden beträchtlichen Mengen unverbrannter Schleimstoffe in Frage gestellt wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung haltbarer, spinnbarer Kupferoxydammoniakzelluloselösungen unter Mitverwendung von Zuckerarten, dadurch gekennzeichnet, daß Zuckerarten der Traubenzuckergruppe, außerdem Zuckerarten der Rohrzuckergruppe in solchen Mengen verwendet werden, daß die Spinnbarkeit der Lösungen nicht beeinträchtigt wird.

Nach Guadagni.

305. Dr. G. Guadagni, Fivizzano, Italien. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 216 669 Kl. 29 b vom 18. I. 1908 (gelöscht); franz. P. 386 339; schweiz. P. 42 305; Ver. St. Amer. P. 977 863, 978 878; brit. P. 1265¹⁹⁰⁸, 12 253¹⁹⁰⁸; österr. P. 51 799.

Bei dem Verfahren wird die bekannte Tatsache benutzt, daß die Auflösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak durch Temperatureniedrigung begünstigt wird. Das Verfahren wird folgendermaßen ausgeführt: Die mehrmals gewaschene, mit Wasser getränkte Zellulose wird über dem Kupferoxydammoniak gelagert. Die Lösung enthält zweckmäßig ungelöstes Kupferhydroxyd, dessen Gegenwart bekanntlich die Löslichkeit der Zellulose erheblich erhöht. Durch die Lösung wird Luft geblasen, die ihr einen Teil ihres Ammoniaks in Gasform entzieht. Der mit Ammoniakgas beladene Luftstrom dringt nun in die oberhalb der Lösung liegende feuchte Zellulose ein und sättigt das dieser anhängende Wasser mit Ammoniak. Die von Ammoniak befreite Luft entweicht aus dem Behälter. Durch die Entwicklung von Ammoniak aus der Lösung wird diese einer Abkühlung unterworfen, die bekanntlich zum guten Verlauf der Reaktion erforderlich ist. Das Durchlüften der Zellulose und das teilweise Verdampfen des ihr anhaftenden Ammoniaks im Luftstrom bewirkt eine Abkühlung auch der Zellulose, die ihre spätere Auflösung erheblich beschleunigt. Die Durchdringung der Zellulose mit Ammoniak vor ihrer Umsetzung mit Kupferhydroxyd bringt ferner, wie bekannt, die günstige Wirkung mit sich, die Reaktionsdauer stark zu vermindern und eine höhere Ausbeute zu bewirken.

Zur Ausführung des Verfahrens bedient man sich zweckmäßig einer Vorrichtung, wie sie in einer Ausführungsform in Fig. 195 und 196 dargestellt ist. Auf den Lösungsbehälter 1 ist ein nach oben sich verjüngender Aufsatz 7 aufgesetzt, der oben durch einen Deckel verschlossen ist. Im Lösungsbehälter liegt die Rührwelle 2 mit Mischflügeln 4. In dem Aufsatz 7 liegt ein Flügelboden zur Aufnahme der feuchten Zellulose, der aus einer durch Handgriff 9 von außen drehbaren Welle 10 besteht, um die in gleichmäßigen Abständen (zweckmäßig gelochte) Böden 8 angeordnet sind. Am Boden des Behälters 1 liegt das Luftzuführungsrohr 5; der Deckel ist von dem Luftableitungsrohr 11 durch-

setzt. Die feuchte Zellulose wird auf die Böden 8 gelegt; darauf wird ein Luftstrom durch die Lösung im Behälter 1 geblasen, der nun, mit Ammoniak beladen, die Zellulose durchdringt, sich mit Ammoniak sättigt und abkühlt, um durch das Rohr zu entweichen. Die so vorbehandelte Zellulose wird dann durch Drehen der Welle 10 in die im Behälter 1 befindliche abgekühlte Schweizersche Lösung fallen gelassen, mit der sie mittels der Rührvorrichtung innig durchgemischt wird.

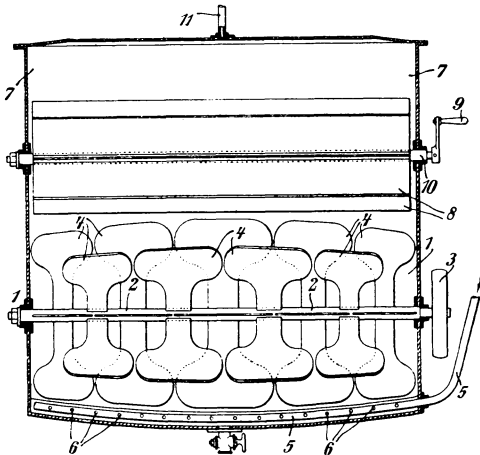


Fig. 195.

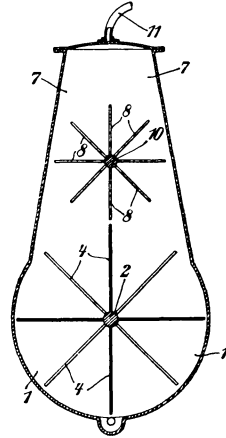


Fig. 196.

Beispiel. In 35 kg Ammoniak von 24° Bé werden 2,5–3 kg Kupferhydroxyd suspendiert, von dem sich ein Teil auflöst. Über der Lösung werden 5 kg Baumwolle gelagert, die vorher in Wasser eingeweicht wurde und etwa 5 kg Wasser enthält. Nun wird während ungefähr $\frac{1}{2}$ Stunde Luft durch die Lösung geblasen, die hierdurch etwa 35% ihres Gehaltes an NH_3 verliert und sich dabei von 20 auf 10° abkühlt. Das Ammoniakluftgemisch wird durch die feuchte Baumwolle geführt. Durch die Wiederverdampfung eines Teils des anfangs sich in dem anhaftenden Wasser lösenden Ammoniaks wird die Baumwolle auf etwa 10° abgekühlt. Nach $\frac{1}{2}$ Stunde wird der Luftstrom abgestellt und nun die Baumwolle in die Lösung fallen gelassen, mit der sie zusammen mit dem überschüssigen Kupferhydroxyd 2–3 Stunden lang verrührt wird. Man erhält so eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung, die 12,5–13% Zellulose enthält.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß zum Zweck leichter Umsetzung bei niedriger Temperatur die feuchte Zellulose über der Schweizerschen Lösung gelagert und Luft durch letztere geblasen wird, die dann, mit Ammoniak beladen, durch die feuchte Zellulose hindurchgeführt wird, worauf letztere in die Lösung eingebracht wird.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in halber Höhe eines hohen, in seiner un-

teren Hälfte mit einer Rührvorrichtung versehenen Behälters mit Luftzuführung am Boden und Luftabführung am Deckel ein von außen kippbarer, zweckmäßig gelochter Boden angeordnet ist.

Das französische, schweizerische, die Ver. St. Amer. Patente und das britische 12 253¹⁹⁰⁸ betreffen auch eine Spinnvorrichtung. Eine Röhre hat nach oben gerichtet eine Anzahl absperrbarer Ansätze, die die Spinndüsen tragen. Die Spinndüsen ragen in aufrechtstehende Glasröhren, denen die Fällflüssigkeit, ein Gemisch von Schwefel- und Salzsäure, zugeführt wird. In diesen Röhren steigt der ausgefällte Faden nach oben, geht zunächst in der Luft über eine Walze, durch die er feiner ausgezogen wird, und wird dann auf eine in Wasser laufende Spule aufgewickelt. Diese Spule wird durch eine sie berührende Walze in Umdrehung versetzt. (3 Zeichnungen.)

306. G. Guadagni, Pavia. Verbesserungen in der Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 25 986¹⁹¹⁰.

Um in kürzerer Zeit als bei vorstehendem Verfahren eine konzentrierte Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak herzustellen und diese Lösung leichter flüssig und spinnbarer zu machen, wird zu dem Ammoniak, welches sich in dem mit dem Rührwerk versehenen Behälter befindet, nachdem Luft hindurchgeblasen worden ist, etwa soviel konzentrierte Natronlauge zugesetzt, als dem Gewicht der aufzulösenden Baumwolle entspricht. Es ist auf die Dichte der Natronlauge zu achten, sie steht in direktem Verhältnis zu der Temperatur; der Dichte von 10 und 25° Bé entsprechen Temperaturen von 6 und 30° C. Nach der Zugabe der Natronlauge zu dem Ammoniak wird Kupferoxydhydrat und Baumwolle zugesetzt und wie in dem früheren Patent verfahren. Unter normalen Bedingungen werden auf 1 kg Zellulose 700—800 g Kupferoxydhydrat verwendet.

Nach Pawlikowski.

307. R. Pawlikowski, Görlitz. Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen.

D.R.P. 222 624 Kl. 29b vom 22. V. 1908 (gelöscht); franz. P. 403 488; schweiz. P. 49 399; österr. P. 49 170.

Zur Bereitung von Lösungen von Kohlenhydraten, wie Zellulose, Baumwolle, Papierstoff, Leinen, Ramiefasern u. dgl., wird Kupferoxychlorid im Verein mit Ammoniakflüssigkeit benutzt. Man löst Kupferoxychlorid in einer genügenden Menge wäßrigen Ammoniaks, gibt die Zellulose hinzu, schüttelt gut durch und stellt das Gemisch kalt; nach einigen Stunden hat sich alles fast restlos gelöst. Die Lösung geht schneller vonstatten als nach den bisher bekannten Verfahren, wie folgende Vergleichsversuche ergaben. Da nach allgemeiner Ansicht die Lösefähigkeit von Kupfersalzen in Ammoniak für Baumwolle dem Kupfergehalt der betreffenden Salze proportional ist, so wurden je 110 ccm Ammoniak von etwa 0,93 spez. Gew. und je 6,2 g gewöhnliche käufliche Baumwoll-Verbandwatte nebeneinander mit folgenden Mengen der nachstehenden Salze, deren Kupfergehalt durch Analyse bestimmt wurde, ver-

mischt: 1. mit 5,5 g Kupferkarbonat von etwa 54% Kupfergehalt, 2. mit 4,8 g Kupferhydroxyd von etwa 62% Kupfergehalt, 3. mit 6,1 g basisch-unterschwefelsaurem Kupfer von etwa 49% Kupfergehalt, 4. mit 5,6 g basisch-schwefelsaurem Kupfer von etwa 53% Kupfergehalt, 5. mit 5,9 g Kupferoxychlorid von etwa 51% Kupfergehalt. Alle 5 Proben enthalten also dieselbe Gewichtsmenge Kupfer, nämlich 3 g. Sie wurden gut durchgeschüttelt und kaltgestellt. Die Probe Nr. 5 löste in etwa $\frac{1}{2}$ Stunde die ganze Baumwolle zu einer klaren, blauen, gut spinnbaren Flüssigkeit. Die Proben 1—4 ließen dagegen erst nach etwa 1 Stunde den Beginn des Lösens erkennen, das noch nach etwa 3 Stunden nicht vollständig beendet war.

Hieraus geht hervor, daß die Verwendung einer ammoniakalischen Kupferoxychloridlösung die vorherige Überführung der Zellulose in Dinatriumhydrozellulose oder die bekannte energischere Vorbehandlung der Zellulose mit oxydierenden oder reduzierenden Bleichmitteln entbehrlich macht, ferner die Dauer der Auflösung wesentlich abkürzt und auf einfache Weise klare, gut spinnbare Lösungen ergibt. Die erforderlichen Mengen von Kupferoxychlorid und Ammoniak hängen naturgemäß von der Natur und Aufbereitung der jeweils gebrauchten Fasersorten ab und lassen sich leicht durch einige Vorversuche feststellen. Die Kupferoxychloridmenge richtet sich weiterhin auch nach der verwendeten Salzsorte; denn es gibt etwa fünf verschiedene Kupferoxychloride, die sich durch ihren Gehalt an Kupferoxyd und an Kristallwasser unterscheiden. Ihr Kupfergehalt schwankt zwischen etwa 44 und 65%. Im allgemeinen sind zur Lösung von 100 g entfetteter, vorgebleichter, käuflicher Verbandwatte ungefähr 90 g Kupferoxychlorid und etwa 850—900 ccm Ammoniak von ungefähr 0,93 spez. Gew. nötig, wobei die für die Fadenbildung erforderliche Dünflüssigkeit durch entsprechendes Hinzufügen von Wasser zur Lösung erzielt wird. Das Kupferoxychlorid kann mit einem oder mehreren anderen Kupferoxydsalzen und mit Kupferoxychlorür, Kupferoxyd, Kupferoxydul, Kupferkarbonat usw. gemischt verwendet werden. Als Fällflüssigkeit beim Verspinnen eignen sich die bekannten Reagenzien, wie Essigsäure, verdünnte Salz- und Schwefelsäure usw.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen dadurch gekennzeichnet, daß Zellulose beliebiger Herkunft in ammoniakalischen Lösungen oder Suspensionen von Kupferoxychlorid mit oder ohne Anwesenheit anderer Kupferverbindungen, wie Kupferchlorür, Kupferoxychlorür, Kupferoxydul, Kupferhydroxyd, Kupferkarbonat, aufgelöst wird.

Nach Follet und Ditzler.

308. P. Follet und G. Ditzler, Verviers, Belg. Verfahren zur Herstellung von Fäden.

D.R.P. 223 294 Kl. 29 b vom 8. X. 1907 (gelöscht), Zus. z. P. 211 871; franz. P. 382 859; schweiz. P. 41 238; brit. P. 22 753¹⁹⁰⁷.

Bei dem durch Patent 211 871¹⁾ geschützten Verfahren zur Herstellung von Fäden aus reinem Fibroin wird als Lösungsmittel für das

¹⁾ Siehe S. 655.

Fibroin eine Lösung von Kristallen benutzt, die durch Einwirkung von Ammoniakgas auf eine Lösung von Nickelsulfat oder einem anderen äquivalenten Sulfat erhalten werden. Diese Lösungen sind gegenüber den bisher auf die gebräuchliche Art erhaltenen Metalloxydammoniaklösungen metallreich und frei von Ammoniaküberschüssen. Bei der Herstellung künstlicher Seide aus Zellulose als Grundstoff wird die Zellulose u. a. in einer Lösung von Kupferoxydammoniak aufgelöst. Verfährt man dabei in der gebräuchlichen Weise, so ist der Gehalt der Lösungen an Metall beschränkt, denn die als Ausgangsstoff dienenden wäßrigen Ammoniaklösungen enthalten selbst nur eine begrenzte, von der Temperatur abhängige Ammoniakmenge. Wenn man aber den Ammoniakgehalt der Lösungen durch Mitwirkung von Kälte erhöht, so wird zwar auch der Gehalt der Lösungen an gebundenem Metall vergrößert, aber es ist dann unerläßlich, denselben Kältegrad sowohl während der ganzen Zeit der Auflösung der Zellulose als auch während der Spinnarbeit beizubehalten, da jede Temperaturerhöhung eine Ammoniakentwicklung und damit eine Zersetzung des Lösungsmittels zur Folge hat. Dabei scheidet sich eine gewisse Metallmenge aus, wodurch das Lösungsvermögen des Lösungsmittels für die Zellulose entsprechend vermindert wird. Aus diesem Grunde müssen die auf bekannte Weise hergestellten Kupferoxydammoniaklösungen in der Praxis einen Ammoniaküberschuß enthalten. Dieser Ammoniaküberschuß macht nun besonders starke Koagulationsbäder mit einem hohen Gehalt an Schwefelsäure, und zwar bis zu 70%, erforderlich. Dabei veranlaßt aber der hohe Gehalt des Fällbades an Säure eine derartige Wärmeentwicklung bei der Neutralisierung des Ammoniaks, daß der erzeugte Zellulosefaden stark angegriffen und geschwächt wird.

Dieser Nachteil wird gemäß der vorliegenden Erfindung dadurch vermieden, daß man zur Herstellung der Zelluloselösungen die durch Einwirkung von Ammoniak auf Kupfersalzlösungen erhältlichen blauvioletten Kristalle verwendet. Diese Kristalle lassen sich bei der Normaltemperatur von 15–20° herstellen und enthalten sämtliches Ammoniak an Metall gebunden, so daß ihre wäßrigen Lösungen auch bei dieser Temperatur kein Ammoniak abgeben und sich nicht zersetzen. Die so erhaltenen Kupferoxydammoniaklösungen lösen Zellulose viel schneller als die auf die bisher übliche Weise gewonnenen und ermöglichen bei den verschiedenen Arbeitsvorgängen (Auflösen der Zellulose und Verspinnen) ein Arbeiten bei gewöhnlicher Temperatur ohne Kühlvorrichtungen. Die Zelluloselösungen können außerdem lange Zeit, und zwar ohne Anwendung von Kälte und ohne Veränderung zu erleiden, aufbewahrt werden. Sie lassen sich selbst nach mehreren Tagen ohne jede Schwierigkeit verspinnen. Die Beschaffenheit der erhaltenen Fäden ist ebenfalls besser, weil zur Koagulation schwachsaure Fällbäder genügen und diese eine schädliche Wirkung auf die regenerierte Zellulose nicht ausüben. Bei der praktischen Ausführung der Erfindung löst man zuerst z. B. Kupfersulfat in Wasser auf, und zwar im Verhältnis von 20 g Salz zu ungefähr 100 g Wasser, und leitet dann Ammoniakgas in die Lösung ein, wodurch sich kleine, dunkle, blauviolette Kristalle bilden, die man

von der Lösung trennt. Diese Kristalle werden nunmehr in Wasser aufgelöst und zwar unter Zusatz von 2–3 g Natronhydrat. Die Lösung ist bei einem Verhältnis von 70–80 g Kristallen auf 100 g Wasser gesättigt. Sie ist imstande, Zellulose rasch in etwa 2 Stunden zu ungefähr 5% zu lösen. Eine größere Zellulosemenge benötigt für die Auflösung längere Zeit. Die Lösungen sind genügend flüssig und lassen sich bei geringem Druck gut verspinnen.

Patentanspruch: Abänderung des durch Patent 211 871 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß man an Stelle von Fibroin Zellulose unter Zusatz von Natriumhydroxyd in wäßrigen Lösungen derjenigen Kristalle auflöst, die durch Einleiten von Ammoniakgas in Kupfersalzlösungen gewonnen werden, und die so erhaltenen Lösungen in üblicher Weise verspinnt.

Nach Boucquey.

309. G. Boucquey. Verfahren zum Auflösen von Zellulose durch ein beliebiges Kupfersalz.

Franz. P. 376 065.

Läßt man Zellulose in einem Gemisch aus Kupfersalz und Ammoniak aufquellen, dem man Ätzkali zusetzt, und gibt man zu der aufgequollenen Zellulose eine kleine Menge Ätzkali, das man mit etwas Wasser oder Ammoniak oder beiden versetzt hat, so erhält man sofort eine vollkommene, konzentrierte Lösung von 6–8% und mehr. Man löst z. B. Kupferacetat in 100 T. Ammoniak, dazu gibt man 100 T. Wasser und 10 T. flüssiges Ätznatron¹⁾. In diese Flüssigkeit gibt man 14 T. Zellulose. Hierbei tritt keine Lösung ein; gibt man aber zu der Mischung nach Aufquellen der Zellulose 5 T. flüssiges Ätznatron²⁾, das man mit 10 T. Wasser und 10 T. Ammoniak verdünnt hat, so löst sich die Zellulose fast augenblicklich. Das Verfahren ist ausführbar mit einfach entfetteter Zellulose ohne besondere Vorbehandlung. Das Ammoniak wird sehr verdünnt angewendet. Man erhält Lösungen, die haltbarer und viskoser sind als die in üblicher Weise gewonnenen.

Nach Hömberg.

310. Dr. R. Hömberg, Charlottenburg. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden, Filme und anderer Zelluloseerzeugnisse aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 237 717 Kl. 29b vom 5. VIII. 1909 (gelöst); österr. P. 50 030; Ver. St. Amer. P. 983 139.

Künstliche Fäden u. dgl. von bedeutend höherem Wert können gewonnen werden, wenn man zu den Kupferoxydammoniakzelluloselösungen vor dem Verspinnen Aldehyde oder deren Verbindungen, z. B. Formaldehyd, hinzufügt, indem man eine wie üblich hergestellte Lösung beispielsweise mit 10% einer 40%igen Formalinlösung versetzt. Die Lösungen selbst verändern sich dadurch chemisch, was man daran er-

1) Angabe über die Stärke der Lösung fehlt.

2) Angabe über die Stärke der Lösung fehlt.

kennen kann, daß sie, auf eine Platte gegossen, beim Trocknen klare, durchsichtige Schichten hinterlassen, während dieselben Lösungen ohne Formaldehydzusatz milchige, undurchsichtige Häutchen bilden. Die neuen Produkte zeichnen sich vor den auf genau gleiche Weise aus formaldehydfreien Lösungen erhaltenen Gebilden durch weicheren Griff, größere Klarheit und höhere Festigkeit aus. Ebenso ist die Wasserfestigkeit, wenn auch in geringerem Maße, erhöht.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden, Filme und anderer Zelluloseerzeugnisse aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß derartige Lösungen nach Zusatz von Aldehyden oder Verbindungen der Aldehyde mit Ammoniak oder solcher Verbindungen der Aldehyde, welche durch Ammoniak zersetzt werden, mit Ausnahme der aldehydischen Zuckerarten und ihrer Verbindungen, in üblicher Weise verarbeitet werden.

Nach Wetzel.

311. J. Wetzel. Verbesserung in der Herstellung kupferoxydammoniakalischer Zelluloselösung.

Franz. P. 423 510.

Der Ammoniakgehalt einer ammoniakalischen Kupferoxydzelluloselösung, der nach den bisherigen Annahmen mindestens 6% betragen muß, damit die Zellulose gelöst bleibt, kann auf 3% herabgesetzt werden. Eine solche höchstens 3% Ammoniak enthaltende Zelluloselösung kann durch reines Wasser von 30–75° gefällt werden.

312. J. Wetzel. Verfahren zur Herstellung kupferoxydammoniakalischer Zelluloselösung.

Franz. P. 424 293.

Eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung mit höchstens 3% Ammoniakgehalt wird an der Luft koaguliert.

Nach Rheinische Kunstseide-Fabrik Akt.-Ges.

313. Rheinische Kunstseide-Fabrik Akt.-Ges., Aachen. Verfahren zur Herstellung viskoser Zelluloselösungen.

Franz. P. 405 571; D.R.P. 231 652 Kl. 29b vom 5. V. 1909 (gelöscht), 236 537 vom 1. VIII. 1908 und 237 816 vom 23. III. 1910 (beide gelöscht); brit. P. 18 342¹⁹⁰⁹ (auch O. Müller); österr. P. 54 260, 54 785.

Bei diesem Verfahren wird von festem, trockenem Kupfersalz ausgegangen. Übergießt man dieses mit Ätzalkali und setzt Ammoniak zu, so löst sich die dann eingebrachte Zellulose oder der Zelluloseersatz aus Baumwollsamenschalen sofort zu einer viskosen Lösung. Die Temperatur ist ohne Einfluß auf die Reaktion und ihre Dauer, man findet vielmehr, daß die durch die Umsetzung der Reagenzien entwickelte Wärme durch die Umwandlung der Zellulose wieder absorbiert wird. Es finden folgende Temperaturänderungen statt: Bringt man das Kupfersalz mit der alkalischen Flüssigkeit zusammen, so zeigt die Mischung stets eine Temperatur von 20–30° C. Gibt man Ammoniak dazu, so fällt die Temperatur auf 5–10° C. Der Zusatz der Zellulose setzt die Tem-

peratur noch weiter herab, und nach der Umwandlung der Zellulose in eine viskose Lösung ist die mittlere Temperatur 10—14° C., ohne daß gekühlt ist. Die Lösung liefert Produkte von gutem Glanz und großer Widerstandsfähigkeit. Als Fällmittel dienen saure, alkalische oder alkalisch-alkoholische Flüssigkeiten, allein oder mit Salzen gemischt. Je nach dem verwendeten Zellulosematerial nimmt man zur Herstellung der Lösung 1 T. Zellulose, 1—3 T. Kupfersulfat, 2—4 T. Natronlauge 21° Bé und 5—15 T. Ammoniak 25° Bé. Zu dem Zelluloselösungsmittel kann man Stoffe von verschiedener chemischer Wirkung setzen, z. B. Alkohol, Essigsäure, Zucker oder Körper, die wie Weinsäure oder Zitronensäure die Fällung des Kupferoxydhydrates durch Alkalien verhindern. Auch Oxalsäure ist verwendbar. Das aus Kupfersulfat, Ammoniak und fixem Alkali hergestellte Lösungsmittel muß stark auf etwa 0° abgekühlt werden, ehe die Zellulose eingebracht wird. Bei der Auflösung der Zellulose selbst braucht nicht wie bei anderen Verfahren gekühlt zu werden. Beim Abkühlen der Kupferlösung scheiden sich Kristalle ab, die abfiltriert werden, und zwar vor dem Eintragen der Zellulose, da sonst die Kristalle Zellulose mit niederreißen.

Der Anspruch des D.R.P. 231 652 lautet:

Verfahren zur Herstellung viskoser verspinnbarer Zelluloselösungen unter Verwendung von Kupfersalz, Ammoniak und fixem Alkali, dadurch gekennzeichnet, daß das aus dem Kupfersalz, Ätzalkali und Ammoniak hergestellte Lösungsmittel vor dem Zusammenbringen mit der Zellulose oder deren Ersatzmitteln zunächst abgekühlt wird und die sich hierbei ausscheidenden Kristalle entfernt werden, worauf dann die Auflösung der Zellulose oder deren Ersatzmittel in dem Lösungsmittel bei gewöhnlicher Temperatur erfolgen kann.

Der Anspruch des D.R.P. 236 537 lautet:

Verfahren zur Herstellung von verspinnbarem Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mittels Kupfersalz, Ammoniak und fixen Alkalien, dadurch gekennzeichnet, daß der Lösung vor oder nach dem Eintragen der Zellulose od. dgl. organische Säuren, wie Weinsäure, Zitronensäure oder Oxalsäure, zugesetzt werden.

Der Anspruch des D.R.P. 237 816 lautet:

Abänderung des Verfahrens gemäß Patent 236 537, dadurch gekennzeichnet, daß an Stelle der freien organischen Säuren deren Alkalisalze zugesetzt werden.

Nach Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H.

314. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Groß-Auheim. Verfahren zur Herstellung einer für die Gewinnung von Kunstseide u. dgl. geeigneten Kupferoxydammoniakzelluloselösung.

D.R.P. 231 693 Kl. 29b vom 3. V. 1906 (gelöscht); brit. P. 10 164¹⁹⁰⁷; Ver. St. Amer. P. 840 611 (E. Eck und E. Bechtel); franz. P. 377 326; österr. P. 50 506.

Es ist bekannt, die Löslichkeit der Zellulose in Kupferoxydammoniak dadurch zu steigern, daß man in Gegenwart von freiem, d. h. ungelöstem Kupferhydrat arbeitet. Man mazeriert Kupferhydrat mit der zehnfachen

Menge von 25%igem wäßrigem Ammoniak solange, bis sich Kupferhydrat nicht mehr löst; dann wird die Zellulose in Portionen eingetragen.

Es ist nun gefunden worden, daß diese Arbeitsweise vereinfacht und die Arbeitsdauer erheblich abgekürzt werden kann, indem man zunächst die Zellulose mit wäßrigem Ammoniak tränkt, dann Kupferhydroxyd zufügt und das Ganze mechanisch durcharbeitet. Es werden z. B. 30 kg Baumwolle in einer Mischtrommel mit 500 kg 15%igem Ammoniak übergossen und 15 kg Kupferoxyd in Form des Hydrates zugefügt. Nachdem die Trommel geschlossen worden ist, wird umgerührt, wodurch innerhalb 1 Stunde eine etwa 6%ige Zelluloselösung erhalten wird. Das Verfahren ist insofern einfacher als die bisher übliche Arbeitsweise, als die portionenweise Zugabe eines der Agenzien wegfällt, so daß besondere Vorkehrungen zur Verhütung von Ammoniakverlusten überflüssig werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung einer für die Gewinnung von Kunstseide u. dgl. geeigneten Kupferoxydammoniakzelluloselösung, dadurch gekennzeichnet, daß man die Zellulose zuerst mit Ammoniaklösung tränkt und dann Kupferhydroxyd zusetzt.

315. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Groß-Auheim b. Hanau a. M. Verfahren zur Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen unter Benutzung von basischem Kupfersulfat.

D.R.P. 235 219 Kl. 29b vom 21. I. 1909 (gelöscht).

Es ist bekannt, ammoniakalische Lösungen von basisch schwefelsaurem Kupfer, das aus Kupfersulfatlösungen und Kalilauge erhalten wurde, als Lösungsmittel für Zellulose zu verwenden (vgl. Erdmann, Anorganische Chemie, 3. Aufl., S. 692). Konzentrierte Zelluloselösungen konnten aus den klaren ammoniakalischen Lösungen dieses basisch schwefelsauren Kupfers indessen nicht gewonnen werden, weil das Salz in Ammoniak sehr schwer löslich ist und infolgedessen nur zellulosearme Lösungen liefert. Nur wenn man das basisch schwefelsaure Kupfer auf der Faser selbst erzeugt, indem man Baumwolle mit Kupfervitriol tränkt und dieses bis zur Bildung von basischem Sulfat mit Ätzkali fällt, ist die Herstellung konzentrierter Zelluloselösungen möglich. Dabei bildet sich aber Kaliumsulfat, das als Fällmittel für Zelluloselösungen den Lösevorgang erschwert.

Es wurde nun gefunden, daß man zur Erzielung technisch wertvoller konzentrierter Zelluloselösungen von isoliertem basischem Kupfersulfat ausgehen kann, wenn man dasjenige basische Kupfersulfat verwendet, das durch Fällen heißer Vitriollösungen mit Ammoniak oder Soda erhalten wird, und dieses basische Sulfat zusammen mit der Baumwolle in einer zur Lösung des Kupfers nicht hinreichenden Menge Ammoniak zur Reaktion bringt. Das auf diese Weise gewonnene basische Kupfersulfat bietet den Vorteil eines chemischen Individuums $7 \text{ CuO} \cdot 2 \text{ SO}_3 + 6 \text{ H}_2\text{O}$, das konstante Zusammensetzung aufweist, wodurch die Sicherheit des Verfahrens erhöht wird. Es ist ferner gegen Wärme bis zu 150° vollkommen beständig, während sich Kupferhydrat sehr leicht in schwarzes, in Ammoniak unlösliches Hydrat verwandelt. Außerdem

zeigen die daraus hergestellten Zelluloselösungen eine solche Beständigkeit gegen Temperaturerhöhungen, daß man sie ohne Schädigung auf 60° erwärmen kann. Die Weiterverarbeitung geschieht in der für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen bekannten Weise.

Beispiel: Zu 162 kg Baumwolle (schwach gebleicht) wird basisches Kupfersulfat in Patentform in einer Menge gebracht, die einer Zugabe von 90 kg Kupfer entspricht. Nachdem man noch 2000 l 20%iges Ammoniak zugefügt hat, rührt oder schüttelt man um. Nach einer halben Stunde ist alles gelöst. Durch Verdünnen der so erhaltenen Lösung mit etwa 1000 l Wasser erhält man eine brauchbare, spinnfähige Kupferoxydammoniakzelluloselösung.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen unter Benutzung von basischem Kupfersulfat, dadurch gekennzeichnet, daß man letzteres in der Form benutzt, die der Formel $7 \text{CuO} \cdot 2 \text{SO}_3 + 6 \text{H}_2\text{O}$ entspricht.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man 5 Mol. Zellulose und 7 Mol. des genannten Sulfats mit einer solchen Menge von Ammoniak versetzt, die nicht hinreicht, um das Kupfersulfat allein zu lösen.

316. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Groß-Auheim. Verfahren zur Herstellung konzentrierter, ammoniakarmer Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 260 650 Kl. 29b vom 19. V. 1908 (gelöscht); österr. P. 64 081 (Vieweg).

Die Herstellung von ammoniakarmen Kupferoxydammoniakzelluloselösungen geschieht bisher in der Weise, daß man Zellulose, Kupfer oder Kupferoxydhydrat und wäßriges Ammoniak unter äußerer Kühlung zur Lösung bringt und den für die Herstellung der Lösung zunächst erforderlichen, beim Verspinnen der fertigen Lösung aber hinderlichen Überschuß an Ammoniak vor dem Spinnen, z. B. durch Absaugen im Vakuum, entfernt.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren, mit dessen Hilfe man unmittelbar beim Lösen mit der für die fertige Spinnlösung gerade noch erforderlichen Menge Ammoniak auskommt; während man also bisher auf 1 kg Zellulose etwa 3 kg NH_3 brauchte, genügt nach dem neuen Verfahren 1 kg NH_3 . Das Verfahren besteht darin, daß man die Bildung der Kupferoxydammoniakzelluloselösung in Gegenwart von Eis in Stücken vor sich gehen läßt.

Beispiel: Zu 100 kg Baumwolle werden 400 l konzentriertes, d. i. 25%iges Ammoniak und 40 kg Kupfer in Form von Kupferoxydhydrat gebracht, worauf man 500 kg Eis in Stücken einträgt. Nach etwa einstündigem Rühren ist alles gelöst. Die Ammoniakersparnis hat ihren Grund in der niedrigen Temperatur, bei der die Reaktionen vor sich gehen, und der hohen Ammoniakkonzentration am Anfang; denn Ammoniak und Eis bilden eine Kältemischung mit Temperaturen unter 0° , die Löslichkeit von Kupferhydroxyd in Ammoniak steigt aber mit fallender Temperatur. Dieselbe Menge Kupferhydroxyd braucht also zur Lösung um so weniger, je niedriger die Temperatur ist. Außerdem löst

sich in 400125% igem Ammoniak mehr Kupferhydroxyd als in 9001 mit der gleichen absoluten Menge NH_3 . Würde man in obigem Beispiel von vornherein die Ammoniakkonzentration so wählen, wie sie nach dem Schmelzen des Eises endgültig vorhanden ist, also etwa 11% ig, so würde man selbst bei Temperaturen von -21° nicht zum Ziele kommen. Läßt man bei der Ausführung des neuen Verfahrens das Reaktionsgefäß z. B. nach Art einer Kugelmühle rotieren, so wirken die festen Eisstücke wie die Kugeln in einer solchen Mühle, indem sie die Zellulosemassen zerrühren. Durch das langsam entstehende Schmelzwasser wird die Zelluloselösung außerdem allmählich verdünnt ohne Ausscheidung von Zellulose, wie sie eintreten würde, wenn man eine konzentrierte Zelluloselösung mit größeren Mengen Wassers auf einmal versetzen würde.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung konzentrierter, ammoniakarmer Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mit Hilfe von Kupferoxydhydrat oder basischen Kupfersalzen, konzentrierter Ammoniakflüssigkeit und Zellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Komponenten in Gegenwart von Eisstücken aufeinander einwirken läßt.

Nach Eck.

317. Th. Eck, Lodz. Verfahren zur Herstellung einer vollständigen kupferoxydhaltigen Zelluloselösung.

D.R.P. 240 082 Kl. 29 b vom 22. V. 1909 (gelöscht).

Die zur Herstellung von Kunstseide verwendete Kupferoxydammoniakzelluloselösung zeigt den großen Nachteil der allmählichen Zersetzung, die besonders rasch bei gewöhnlicher Temperatur vor sich geht. Das Kupferoxydammoniak oxydiert die Zellulose zur spröden Oxyzellulose, wodurch die Lösung ihre ursprüngliche Zähigkeit verliert, dünnflüssig und zur Herstellung von künstlichen Fäden ungeeignet wird. Um ein Arbeiten mit Kupferoxydammoniakzelluloselösung im großen überhaupt zu ermöglichen, ist es nötig, mittels kostspieliger Kühlvorrichtungen die Zelluloselösung auf niedriger Temperatur zu erhalten; aber trotzdem tritt langsam Zersetzung ein. Durch die bisher notwendige Kühlung der Zelluloselösung macht sich aber ein weiterer Übelstand bemerkbar. Bei niedriger Temperatur bilden sich Kristalle in der Lösung, welche schwer zu entfernen sind und die feinen Düsenöffnungen verstopfen.

Es hat sich nun gezeigt, daß die genannten Übelstände beseitigt werden können, wenn zur Lösung der Zellulose ein Gemisch von Kupferoxydammoniak mit Kupferoxydulammoniak verwendet wird. Die Gegenwart von Kupferoxydulammoniak in genügender Menge verhindert die Oxydation der Zellulose vollkommen, und eine solche Zelluloselösung ist monatelang bei gewöhnlicher Temperatur unverändert haltbar; sie behält ihre für einen festen Faden notwendige Zähigkeit vollkommen bei. Die Zelluloselösung mit Kupferoxydulgehalt fällt im Vergleich mit einer Lösung ohne diesen Gehalt bei Einhaltung von gleichen Mengenverhältnissen stets zäher und dickflüssiger aus, eine Erscheinung, welche beweist, daß bei Herstellung von Kupferoxydammoniakzellulose-

lösung sofort beim Lösungsvorgange Oxydation der Zellulose stattfindet. Die Zelluloselösungen mit Kupferoxydulgehalt können für das Spinnen stärker verdünnt werden als die ohne einen solchen; eine 3%ige Lösung entspricht in Zähigkeit und Fließbarkeit einer 4%igen Lösung ohne Oxydul. Eine stärkere Verdünnung der Zelluloselösung bietet dadurch einen Vorteil, daß beim Spinnen des Fadens weitere Düsenöffnungen zulässig sind, die sich weniger leicht verstopfen; bei gleicher Größe der Düsenöffnung erzielt man feinere Fäden.

Eine Zelluloselösung, welche Kupferoxydulammoniakzellulose enthält, kann hergestellt werden, wenn Kupferoxydhydrat zu Kupferoxydulhydrat reduziert und dieses in Ammoniak gelöst wird. 40 kg Kupfervitriol werden gelöst und zur Ausfällung des Kupferoxydhydrats die nötige Menge Natronhydrat hinzugefügt. Das Kupferoxydhydrat wird zweimal gewaschen und der Überschuß an Waschwasser abfiltriert. Das Kupferoxydhydrat wird mit Wasser und Eis auf 266 kg eingestellt. Bei einer Temperatur von 6–10° C gibt man zur Reduktion des Kupferoxydhydrats 1,800 kg Hydrosulfit NF konz. von Meister Lucius & Brüning, gelöst in 16 l Wasser, hinzu und rührt die Paste 15 Minuten lang. Die gelbgrün gewordene dünne Paste läßt man nun in einen luftdicht verschlossenen Kessel fließen, in welchem 18 kg entfettete und gebleichte Baumwolle eingetragen wurden. Man läßt den verschlossenen Kessel 15 Minuten zur Durchtränkung der Baumwolle mit dem Hydrat rotieren. Hierauf läßt man 230 kg auf 6–10° C abgekühltes Ammoniak vom spez. Gew. 0,910 in den Kessel fließen und bringt die Baumwolle durch Rotieren des luftdicht verschlossenen Kessels in Lösung, was in etwa 6 Stunden vollkommen geschehen ist. Die Zelluloselösung wird gänzlich klar und zeigt nicht den geringsten Rückstand an ungelösten Teilchen, ein Beweis, daß das Kupferoxydulhydrat in Lösung gegangen und mit der Zellulose eine Verbindung eingegangen ist. Man kann auch so verfahren, daß ungewaschenes Kupferoxydhydrat gleich nach der Fällung reduziert und, ohne gewaschen zu werden, wie oben angegeben weiter verarbeitet wird. Das Ergebnis ist aber nicht so gut. Als Reduktionsmittel kann anstatt Hydrosulfit auch Bisulfit oder schwefligsaures Ammoniak verwendet werden, jedoch mit weniger gutem Erfolge. Die nach diesem Reduktionsverfahren hergestellte Zelluloselösung enthält ungelöste Kupferoxydulteilchen. Formaldehyd reduziert Kupferoxydhydrat in der Kälte nicht; fügt man Formaldehyd dem Ammoniak zu, so fällt dieses Kupferoxydul in der Zelluloselösung aus. Die nach obigen Angaben hergestellte Zelluloselösung enthält 80% Kupferoxyd-ammoniak und 20% Kupferoxydulammoniak; der Oxydulgehalt kann aber auch bis auf 40% erhöht werden. Es genügen aber schon 10% Kupferoxydulammoniak, um die Zelluloselösung vollkommen haltbar zu machen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung einer beständigen kupferoxydulhaltigen Zelluloselösung, darin bestehend, daß gewaschenes Kupferoxydhydrat mit geeigneten Reduktionsmitteln in der Kälte reduziert, mit dieser genügend verdünnten Hydratpaste die Baumwolle getränkt und zum Schluß Ammoniak hinzugefügt wird.

Nach Compagnie française des applications de la cellulose.

318. Compagnie française des applications de la cellulose. Verfahren zur Herstellung sehr konzentrierter Zelluloselösungen.

Franz. P. 429 841; brit. P. 28 779¹⁹¹⁰; schweiz. P. 57 951; Ver. St. Amer. P. 1 062 222 (Chaumat); österr. P. 62 164.

Das Verfahren besteht in der Herstellung gelatinösen Kupferoxydhydrats und der Vereinigung dieses Hydrats mit geeignet vorbehandelter Zellulose in bestimmten Verhältnissen, sowie in dem Auflösen der so gebildeten Kupferzellulose in Ammoniak unter besonderen Bedingungen. Das gleiche Ergebnis läßt sich nicht erreichen, wenn man Kupferoxydhydrat auf der Zellulose selbst fällt, indem man z. B. Kupfersalz mit Zellulose mischt und dazu Natronlauge setzt, oder wenn man Zellulose mit Ätznatron mischt und Kupfersalz zusetzt. Um die Zellulose in einen für die spätere Auflösung geeigneten Zustand zu bringen, muß das Kupferoxyd mit Zellulose vereinigt werden, die mit einer genügenden Menge Wasser verdünnt ist. Man hat sonst eine nicht gleichmäßige Kupferoxydzellulose, die an manchen Stellen freie Zellulose und an anderen überschüssiges Kupferoxyd enthält. Unter ungünstigen Bedingungen hergestellte Kupferzellulose löst sich schlecht in Ammoniak; es bilden sich gelatinöse, schwer zu verteilende Klumpen, und der Gehalt der Lösung an Zellulose nimmt ab.

Es werden z. B. 30 kg abgekochte und schwach gebleichte Baumwollabfälle im Holländer vermahlen, bis zwischen den Fingern feste Teile nicht mehr zu bemerken sind, dann wird mit Wasser auf etwa 3000 l verdünnt. Ferner werden 60 kg krist. Kupfersulfat in 300—400 l Wasser gelöst und die Lösung in 40 l Natronlauge von der Stärke, daß die theoretische Menge Kupferoxydhydrat gebildet wird, unter Umrühren bei gewöhnlicher Temperatur gegeben. Die Lauge ist mit dem drei- bis vierfachen Volumen Wasser verdünnt. Bei vorsichtigem Arbeiten findet keine Temperaturerhöhung statt, und es braucht nicht gekühlt zu werden. Man kann der Natronlauge eine kleine Menge eines Körpers zusetzen, der die Wasserabspaltung aus dem Kupferoxydhydrat verhindert, z. B. Zucker. Die Kupferoxydhydratbrühe wird mit der gemahlene Zellulose in einem geeigneten Apparat, z. B. dem Holländer selbst, gemischt, die Mischung kann auch durch Druckluft bewerkstelligt werden. Das Kupferhydroxyd wird von der Zellulose sofort absorbiert, und die Kupferzellulose wird abfiltriert, abgepreßt oder abgeschleudert. Sie hat eine schöne blaue Farbe und hält sich ohne Veränderung, so daß sie in beliebig großen Mengen auf Lager genommen werden kann. Das abgepreßte oder abgeschleuderte Produkt wird dann zermahlen, bis die einzelnen Teile ungefähr die Größe eines Getreidekorns haben, und mit der notwendigen Menge Ammoniak übergossen, etwa 100 l Ammoniak von 28° Bé. Dann wird 15—20 Minuten gerührt und bis zur völligen Lösung stehen gelassen, was ungefähr 24 Stunden erfordert. Ab und zu setzt man den Rührer wieder in Gang und gibt eine geringe Menge Natronlauge von 38° Bé zu, die mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt ist, etwa 0,5 l der Natronlauge 38° Bé auf das Kilogramm gelöster Baumwolle. Dieser Natronlaugezusatz ver-

flüssigt die Lösung und erleichtert die spätere Filtration. Man erhält Lösungen mit bis 15% Zellulose, die frei von Klumpen und homogen sind.

Nach Traube.

319. Dr. W. Traube, Berlin. Verfahren zur Darstellung von Zelluloselösungen.

D.R.P. 245 575 Kl. 29b vom 10. I. 1911 (gelöscht); franz. P. 438 632; brit. P. 356¹⁹¹²; österr. P. 56 625; belg. P. 241 976; schweiz. P. 58 882; Ver. St. Amer. P. 1 064 260.

Es wurde gefunden, daß die wäßrigen sowie auch die alkoholischen Lösungen der Alkylendiamine, z. B. des Äthylendiamins, unverhältnismäßig große Mengen Kupferhydroxyd aufzunehmen vermögen. Während zur Lösung eines Molekulargewichtes Kupferhydroxyd auch bei Anwendung hochkonzentrierter Ammoniak- oder Aminlösungen sehr viele Molekulargewichte Ammoniak oder Amin nötig sind, wird auch in verdünnten, z. B. nur 5%igen wäßrigen Äthylendiaminlösungen, 1 Mol. Kupferhydroxyd von nur 2 Mol. Äthylendiamin in Lösung übergeführt.

Es wurde weiter gefunden, daß eine wie angegeben bereitete Kupferhydroxyd-Äthylendiaminlösung Zellulose, Zellulosehydrat, Oxyzellulose usw. aufzulösen vermag, ähnlich der Schweizerschen Lösung. Ein weitgehender Unterschied besteht indessen zwischen beiden Lösungen insofern, als für die Auflösung der Zellulose der Prozentgehalt an Ammoniak bei der Schweizerschen Lösung sehr hoch sein muß, während der Prozentgehalt der Kupferhydroxyd-Äthylendiaminlösung an Äthylendiamin nur gering zu sein braucht. Schon eine nur 2–3%ige, mit Kupferhydroxyd gesättigte Äthylendiaminlösung nimmt Zellulose auf, und bei Anwendung 5%iger, mit Kupferhydroxyd gesättigter Äthylendiaminlösung erhält man mit großer Schnelligkeit Zelluloselösungen von hoher Viskosität. Zur Ausfällung der Zellulose aus einer solchen Lösung bedarf es nur einer um das Vielfache geringeren Menge Säure als bei Ausfällung der Zellulose aus Schweizerscher Lösung, was auf die Beschaffenheit der ausfallenden Zellulose von erheblichem Einfluß ist.

Mit Hilfe der Kupferhydroxyd-Äthylendiaminlösung können, was bisher nicht bekannt war, und was bei Verwendung der primären Monoalkylamine¹⁾, wie des Ammoniaks, auch nicht möglich ist, Zelluloselösungen erhalten werden, die eine verhältnismäßig nur sehr geringe Alkalikonzentration besitzen.

Beispiel I. Zu 100 T. einer 4%igen wäßrigen Äthylendiaminlösung werden 2,5 T. Kupferhydroxyd gegeben, welche unter Wärmeentwicklung alsbald in Lösung gehen. Nun fügt man zu der dunkelblauen Flüssigkeit etwa 5 T. Zellulose irgendwelcher Herkunft und erhält nach dem Durcharbeiten des Gemisches eine dicke, homogene, klare Zelluloselösung, die zur weiteren Verwendung bereit ist.

Beispiel II. In 100 T. einer 8%igen Äthylendiaminlösung werden 5 T. Kupferhydrat gelöst und zu der so erhaltenen Flüssigkeit 7–8 T. Zellulose gefügt, die sich nach gehörigem Durcharbeiten auflösen. Man

¹⁾ Siehe S. 282, franz. P. 357 171.

erhält eine äußerst dicke Flüssigkeit mit einem Gehalt von 7–8% gelöster Zellulose. Es können z. B. Diamine der aliphatischen Reihe, wie Trimethylendiamin, Tetramethylendiamin usw., benutzt werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man Zellulose oder ihr nahestehende Umwandlungsprodukte mit Auflösungen von Kupferhydroxyd in Lösungen von aliphatischen Diaminen behandelt.

Nach dem

320. Zusatzpatent 252 661 Kl. 29b vom 6. VIII. 1911 (gelöscht)

erfolgt die Auflösung der Zellulose in der Alkylendiaminlösung besser, wenn dieser noch einige Prozente Ammoniak zugesetzt werden.

Nach de Haën.

321. E. de Haën, Chemische Fabrik „List“, Seelze b. Hannover. Verfahren zur Herstellung haltbarer Spinnlösungen für Kunstfäden u. dgl.

D.R.P. 251 244 Kl. 29b vom 24. VI. 1911 (gelöscht); brit. P. 6408¹⁹¹²; franz. P. 441 063.

Es ist bekannt, Auflösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak, die wegen ihrer Empfindlichkeit gegen erhöhte Temperatur sonst nur unter guter Kühlung hergestellt werden können und unter Kühlung aufbewahrt werden müssen, diese nachteilige Eigenschaft zu benehmen. Es geschieht dies dadurch, daß man andere Kohlenhydrate, wie z. B. Zucker, Dextrin, gebleichte Reisschalen u. dgl., oder auch organische Säuren sowie deren Alkalisalze¹⁾ zugibt. Hierdurch wird es ermöglicht, die Lösungen der Zellulose in Kupferoxydammoniak bei gewöhnlicher Temperatur herzustellen, und die erhaltenen Lösungen sind dann so haltbar, daß es einer besonderen Kühlung bei der Aufbewahrung nicht bedarf. Da nun diese wertvollen Zusätze aber in ziemlich hohen Prozentsätzen angewandt werden müssen, so verteuern sie das Verfahren.

Es wurde nun gefunden, daß, wenn man gewisse Pflanzenteile, z. B. strohige Abfallteile, die sonst wertlos sind, mit geeigneten Flüssigkeiten extrahiert und diese Extrakte der Lösung zusetzt oder zur Herstellung der Lösung verwendet, die Kupferoxydammoniakmischung ohne Zellulose wie mit Zellulose unbegrenzt haltbar ist und ohne jede Schädigung Temperaturen bis zu 50° verträgt. Kostspielige Eismaschinen und Kühlanlagen kommen hierdurch in Wegfall.

Man löst z. B. etwa 25 kg Kupfersulfat in 90–95 kg Ammoniak und setzt zu dieser Lösung etwa 45 kg Natronlauge von 21° Bé, mit der man vorher etwa $\frac{1}{2}$ –1 kg strohige Bestandteile während etwa $\frac{1}{2}$ Stunde bei 15–20° C extrahiert hat, rührt gut um, und die Lösung ist fertig. Man kann nun die Baumwolle gleich der Lösung zufügen oder erst dann, wenn sie verarbeitet werden soll, da die Lösung mit und auch ohne Baumwolle unbegrenzt haltbar ist. Die aus diesen Lösungen hergestellten Fäden zeigten eine bedeutende Elastizität und starken Seidenglanz. Die Auflösung der Zellulose in dem nach obigem Ver-

¹⁾ Siehe S. 284, 285, 296.

fahren hergestellten Lösungsmittel vollzieht sich fast augenblicklich. Die Zellulose kann auch durch jedes für Kupferoxydammoniakzellulose-lösung sonst übliche Fällmittel wieder gefällt werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung haltbarer Spinnlösungen für Kunstfäden u. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß man pflanzliche Stoffe, insbesondere strohige Pflanzenteile, mit geeigneten Flüssigkeiten, so beispielsweise Alkalilauge, extrahiert und den so erhaltenen Extrakt der Kupferoxydammoniakmischung vor oder nach dem Eintragen der Zellulose zusetzt.

322. E. de Haën, Chemische Fabrik „List“. Verfahren zur Herstellung einer Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniaklösung zur Herstellung künstlicher Fäden und anderer Produkte.

Franz. P. 436 968; brit. P. 27 835¹⁹¹¹.

Man weiß, daß es zur Erhöhung der Löslichkeit der Zellulose in Kupferoxydammoniak notwendig ist, aus der Lösung die bei der Umsetzung von kaustischen Alkalien, Kupfersalz und Ammoniak gebildeten fremden Salze, besonders Alkalisulfat, möglichst vollständig zu entfernen. In der Praxis hat man das bisher durch starkes Kühlen des Lösungsmittels vor dem Eintragen der Zellulose, und zwar auf Temperaturen um 0°, erreicht. Es wurde nun gefunden, daß man diese teure Kühlung und den Gebrauch von Eismaschinen entbehren kann, wenn man statt des bisher verwendeten Ätznatrons Ätzkali verwendet. Dann scheidet sich das schwefelsaure Kali schon bei gewöhnlicher Temperatur vollständig in Kristallen aus und man kann nach Abtrennen der Kristalle die Lösung ohne Störung für die Herstellung einer Zelluloselösung zur Erzeugung von Kunstfäden u. a. m. verwenden. Die Abscheidung wird unterstützt durch die Anwesenheit freien Ammoniaks, welches ein notwendiger Bestandteil der Zelluloselösung ist. Die so hergestellte Lösung besitzt in hohem Grade die Fähigkeit, Zellulose zu lösen. Die höheren Kosten der Verwendung von Ätzkali werden durch den Fortfall der Kühlung aufgewogen. Man löst z. B. 2—4 T. Kupfersulfat in 10 T. Ammoniak von 25% und setzt Ätzkali zu. Die Kaliumsulfatkristalle scheiden sich bald ab; man entfernt sie durch Filtrieren unter Druck und benutzt das Filtrat zur Auflösung der Zellulose.

Nach Société La Soie Artificielle du Nord.

323. Société La Soie Artificielle du Nord. Verbesserung in der Behandlung von Zellulose mit Kupfersalzen.

Franz. P. 437 815.

Es wurde gefunden, daß durch Zusatz von Alkali zu den ersten Auflösungsbädern ein Teil der Zellulose verbrannt und unlöslich wird, wodurch ein Verlust an sehr wertvoller Substanz entsteht. Gemäß vorliegendem Verfahren wird eine gewisse Menge Kupfersulfoacetat und Natriumkarbonat in einem Gemisch von 100 T. Wasser und 100 T. Ammoniak aufgelöst. In die erhaltene Flüssigkeit trägt man die zu behandelnde Zellulose, etwa 14 T., ein, sie schwillt zunächst an und

löst sich dann fast vollständig auf. Nach etwa $\frac{1}{2}$ Stunde gibt man 3 T. Ätznatron in 10 T. Wasser zu, wodurch die Lösung vollständig wird. Man erhält auf diese Weise sehr konzentrierte Zelluloselösungen, zu deren Herstellung man verdünntes Ammoniak anwenden kann, was das Verfahren verbilligt und die Lösung viskoser macht. Die Lösungen können mehrere Monate aufbewahrt werden, ohne daß sie sich verändern.

Nach Spence & Sons Ltd.

324. P. Spence & Sons Ltd., Manchester, Engl. Verfahren zur Herstellung eines innigen Gemenges von Zellulose und Kupfer für die Herstellung von Zelluloselösungen.

D.R.P. 264 951 Kl. 29 b vom 29. X. 1912 (gelöscht); brit. P. 25 533¹⁹¹¹; franz. P. 449 803; belg. P. 250 442 (auch Edm. Knecht, Dr. Alf. Perl).

Nach dem Verfahren wird metallisches Kupfer in allerfeinster Verteilung in geeigneter Menge auf und in der Zellulose aus einer Kupferlösung niedergeschlagen und das entstandene Gemenge dann der Einwirkung von Luft und Ammoniak in Gegenwart von Wasser ausgesetzt. Durch dieses Verfahren wird in leichtester und billigster Weise eine so innige Mischung der Bestandteile erzielt, wie sie sich durch mechanische Mittel bei größtem Arbeitsaufwand nie erzielen ließe. Die verhältnismäßig grobe Beschaffenheit, in welcher das Kupfer sich bei dem bisher gebräuchlichen Verfahren befindet, verhindert naturgemäß eine wirklich innige Mischung mit der Zellulose, welche bei der vorliegenden Erfindung dadurch erreicht wird, daß die Kupferteilchen sich in annähernd molekularem Zustande befinden. Nach diesem Verfahren ist nur etwa die Hälfte Kupfer nötig, um dieselbe Menge Zellulose in Lösung zu bringen im Vergleich zu einer mechanisch hergestellten Mischung.

Beispiel: Die fein verteilte Zellulosemasse wird mit einer Lösung von Kupfersulfat, die entsprechend stark genommen wird, durchtränkt. Zu dieser Masse wird eine genügend starke Lösung von Titansesquioxidsulfat hinzugefügt, welche die Kupfersulfatlösung reduziert und metallisches Kupfer im Zustand allerfeinster Verteilung auf und in der Zellulosemasse ausfällt und niederschlägt. Das Kupfer ist auf diese Weise gleichmäßig durch die ganze Zellulosemasse verteilt niedergeschlagen, und dieser gleichmäßige Niederschlag und die gleichmäßige Verteilung des Kupfers helfen wesentlich bei der schnellen Herstellung einer gleichmäßigen Zelluloselösung. Das innige Gemenge von fein verteiltem metallischen Kupfer und Zellulose wird alsdann filtriert, gewaschen und der gemeinsamen Einwirkung von Luft und einer genügenden Menge wäßriger Ammoniaklösung ausgesetzt. Aus Versuchen hat sich ergeben, daß sich das frisch ausgefällte Kupfer leicht oxydiert und schnell in Lösung geht; so können z. B. bei Verwendung von ungefähr 700 g Kupfersulfat 600 g Baumwolle schnell gelöst werden, und es lassen sich auf diese Weise leicht 11–12% ige Zelluloselösungen herstellen. An Stelle von Titansesquioxidsulfat können andere Reduktionsmittel verwendet werden. In jedem Falle empfiehlt sich aber, niedere Metalloxyde zu verwenden, welche vom Zustande höherer Oxydationsstufe wieder reduziert werden können.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung eines innigen Gemenges von Zellulose und Kupfer für die Herstellung von Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß metallisches Kupfer in feinsten Verteilung auf und in der Zellulosemasse niedergeschlagen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kupferniederschlag auf und in der Zellulosemasse unter Verwendung niederen Metalloxydes erfolgt und das dabei entstehende höhere Metalloxyd wieder reduziert und wieder verwendet wird.

Nach Borzykowski.

325. B. Borzykowski. Verfahren zur Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

Franz. P. 450 193; brit. P. 24 996¹⁹¹²; belg. P. 251 118.

Bei der Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, die zur Herstellung künstlicher Zelluloseprodukte dienen, ist es wünschenswert, daß die Lösung möglichst wenig Ammoniak enthält, denn das Ammoniak übt auf die Eigenschaften der Produkte einen schädlichen Einfluß aus und muß aus den Produkten entfernt werden. Andererseits muß eine bestimmte Menge Ammoniak in der Lösung vorhanden sein, damit Kupfer und Zellulose in Lösung gehalten werden, auch nimmt die Lösungsfähigkeit der ammoniakalischen Kupferlösung für Zellulose mit dem Kupfergehalte zu. Das vorliegende Verfahren dient nun dazu, in der gewohnten Weise hergestellte Kupferoxydammoniaklösungen so weit als möglich mit Kupfer anzureichern, ohne ihren Ammoniakgehalt zu erhöhen. Das einfachste Mittel zu diesem Zwecke wäre, der Lösung eine größere Menge Kupferhydroxyd zuzusetzen, aber dieses löst sich nur sehr wenig in der Lösung und bleibt zum größten Teile ungelöst. Es wurde nun gefunden, daß man diese Anreicherung dadurch erreichen kann, daß man das Hydrat in der Lösung selbst entstehen läßt, das sich dann leicht löst. Man fügt zu der anzureichernden Lösung Kupfersulfat und eine äquivalente Menge Alkali in wäßriger Lösung, es bildet sich dann nach bekannter Reaktion Alkalisulfat und Kupferhydroxyd, und dieses löst sich sofort in der Kupferlösung auf. In einem Mischgefäß mischt man 50 T. ammoniakalisches Kupferoxydammoniak vom spez. Gew. 1,000—1,004 mit 17 T. wäßriger Kupfersulfatlösung (27 g im Liter) und gibt 10 T. Natronlauge von 15% zu. Nach kurzem Rühren setzt man zu 800 l dieser Lösung ungefähr 107 kg trockene, lockere Zellulose.

Das Verfahren ist von J. Foltzer in den „Kunststoffen“, 1911, S. 303, beschrieben.

Nach Müller.

326. O. Müller. Verfahren zur Herstellung viskoser Zelluloselösungen.

Franz. P. 451 406; belg. P. 251 128.

Stellt man in bekannter Weise aus Kupfersalzen, Ammoniak und fixen Alkalien ein Lösungsmittel für Zellulose her, so muß man auf etwa 0° kühlen, bevor man die Zellulose einbringt, damit das gebildete

Alkalisalz, z. B. Natriumsulfat, wenn man von Kupfersulfat und Ätznatron ausgeht, sich in Kristallen abscheidet. Macht man dies nicht, so scheiden sich die Kristalle später von selbst aus und reißen einen großen Teil der Zellulose mit nieder, es findet sich dann am Boden des Apparates ein dicker Brei, den man entfernen und wegwerfen muß. Das Kühlen der Lösung hat den großen Nachteil, daß es die Herstellung der viskosen Zelluloselösung teuer macht. Außerdem erfordert dies Verfahren die Verwendung beträchtlicher Mengen Ammoniak, damit man eine Lösung erhält, die nach Abscheidung der Kristalle sich noch zur Herstellung geformter Gebilde eignet. Es wurde nun gefunden, daß man die Entfernung der Alkalisalze durch Krystallisation vollständig umgehen und eine große Menge Ammoniak sparen kann, wenn man zunächst das Kupfersalz unter Rühren mit einer glyzerinhaltigen Kochsalzlösung vermischt und dann mit einer wäßrigen Ammoniaklösung von bestimmtem Gehalt und mit einem bestimmten Gehalt an Ätzalkali behandelt. In einer solchen Lösung löst sich das Kupfersalz vollständig auf; gibt man in eine solche Lösung Zellulose, so entsteht sofort eine viskose Lösung, die man beliebig mit Wasser verdünnen kann. Man braucht so nur das Vier- bis Sechsfache an Ammoniak vom spez. Gew. 0,91, ohne daß sich eine Kristallausscheidung während oder nach der Auflösung zeigt. Die Auflösung des Kupfersalzes wie der Zellulose findet bei jeder Temperatur statt, auch beim Kühlen auf 0° scheidet sich nichts ab. Die erhaltene Lösung kann daher ohne weitere Vorbereitung zur Herstellung von Fäden und anderen Gebilden benutzt werden. Die Lösung ist, wenn sie in gut verschlossenen Gefäßen aufbewahrt wird, fast unbegrenzt haltbar. Jede Zellulose, z. B. Baumwolle oder Sulfitzellulose oder Baumwollschalen oder der Zelluloseersatz, der nach dem D.R.P. 192 690¹⁾ hergestellt ist, kann verwendet werden. Es werden z. B. 120 kg gemahlene Kupfersulfat unter Rühren mit 200 l einer Lösung behandelt, die 1–2% Chlornatrium und 2,25–3 l Glycerin enthält. Dazu gibt man 300 l Ammoniak vom spez. Gew. 0,91, worauf das Kupfersalz sich vollständig löst. Dann setzt man 200 l Natronlauge vom spez. Gew. 1,125–1,2 zu und trägt unter Schütteln 50 kg Zellulose ein. Sie löst sich sofort auf und gibt eine viskose Lösung, die ohne weiteres verarbeitet werden kann.

Nach Kitsee.

327. I. Kitsee, Philadelphia. Auflösen von Zellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 390 995 vom 20. IX. 1921, angem. 18. X. 1919.

Die zu lösende Zellulose (Baumwolle, Papierabfälle) wird mit Kupfer in Gegenwart von Ammoniak verrieben. Das Reiben unterstützt den Lösungsvorgang. Es wird z. B. Baumwolle mit Ammoniak gesättigt und zwischen Kupferplatten, die gegeneinander bewegt werden, gebracht. Unter Umständen können zur Unterstützung der mechanischen Einwirkung Kupferstückchen der Zellulose zugesetzt werden.

¹⁾ Aus Baumwollsamenschalen durch Kochen mit Alkalilauge und Behandeln mit Permanganat, schwefliger Säure und schließlich wirksamem Chlor.

Nach Maschinenbau-Anstalt Humboldt.

328. Maschinenbau-Anstalt Humboldt, Köln-Kalk. Verfahren zur Herstellung von verspinnbaren Kupferoxydammoniakzellstofflösungen.

D.R.P. 406 311 Kl. 29 b vom 18. III. 1923 (gelöscht); franz. P. 578 671 (Dispersoid Syndicate Ltd.).

Die zur Auflösung von Zellulose geeigneten Kupferoxydammoniaklösungen werden bekanntlich aus Kupfersulfat oder -karbonat hergestellt. Die Verwendung unlöslicher Kupferverbindungen bietet den Vorteil, daß Kupferoxydammoniaklösungen erzielt werden können, welche Zellstofflösungen hoher Konzentration ergeben, die bekanntlich besonders gute Kunstseide liefern; denn je konzentrierter die zum Spinnen angewendete Kupferoxydammoniakzellstofflösung ist, desto besser wird das Produkt. Ferner hat sich gezeigt, daß die hiernach erhaltenen Lösungen gegen Luft und Wärme erheblich beständiger sind als die unmittelbar aus wasserlöslichen Kupfersalzen hergestellten. Anstatt von Kupferkarbonat auszugehen, kann man in gleicher Weise auch Kupferpulver oder -hydroxyd als Ausgangsmaterial verwenden.

Es ist bekannt, daß die Auflösung von Zellstoff in der Kupferoxydammoniaklösung in kürzester Zeit durchgeführt werden kann, wenn man die beiden Stoffe in einer arbeitenden Kolloidmühle oder in einer ähnlich wirkenden Apparatur aufeinander einwirken läßt. Auf diese Weise wird die Lösung des Zellstoffes nicht nur erheblich beschleunigt, sondern sie gelingt auch vollkommener als nach irgendeinem bekannten Verfahren. Bei Anwendung von schnelllaufenden Dispergiermaschinen ist die Herstellung von Kupferoxydammoniaklösung aus unlöslichen Kupferverbindungen und der Prozeß der Auflösung des Zellstoffes in einem Arbeitsgange möglich.

Es hat sich nun gezeigt, daß die Herstellung von Kupferoxydammoniakzellstofflösungen nicht nur hinsichtlich der Bildung des Kupferoxydammoniaks, sondern auch im Hinblick auf die Lösung des Zellstoffes durch einen Zusatz von Aminverbindungen günstig beeinflußt wird. Diese Stoffe wirken einmal als Dispersionsbeschleuniger für den zu lösenden Zellstoff und damit kraftersparend. Sie ermöglichen ferner eine weitere Erhöhung der Konzentration der Kupferoxydammoniaklösung. Es wurde schon erwähnt, daß dieses Ergebnis von Bedeutung für die Verspinnbarkeit der Zellstofflösungen ist. Schließlich ergeben sich bei der Anwendung von Aminverbindungen nach dem Ausfällen besonders homogene Produkte, die sich mit Vorteil auf plastische Massen verarbeiten lassen.

Beispiel 1: Eine Mischung von 200 g Kupferkarbonat und 800 ccm Wasser wird unter Zusatz von 20–22% igem Ammoniak wenige Minuten in einer Kolloidmühle in Anwesenheit von 0,1–1% Harnstoff bearbeitet, bis das gesamte Kupferkarbonat gelöst ist oder nur ein geringer Teil des Karbonats ungelöst bleibt. Einer solchen Kupferoxydammoniaklösung werden nun 80–100 g nach bekannten Methoden vorbereitete Baumwolle zugesetzt und einige Minuten kolloidisiert. Als Dispersatoren eignen sich auch Anilin, Toluidin oder eine andere organische

Aminoverbindung. An Stelle von Kupferkarbonat kann man auch von Kupferhydroxyd ausgehen, indem man es zunächst durch Einwirken von Kohlensäure bei gewöhnlichem oder erhöhtem Druck in Karbonate überführt. Die erhaltene homogene Kupferoxydammoniakzellstofflösung kann nach der Filtration unmittelbar nach einer bekannten Methode auf Kunstseide versponnen werden.

Beispiel 2: Will man von Kupferpulver ausgehen, so muß dieses zunächst in Kupferhydroxyd übergeführt werden. Zu diesem Zweck werden 100 g reines Kupferpulver mit 1 l 7 n-Natronlauge unter Einblasen von Luft in einer Kolloidmühle bearbeitet. Alsdann leitet man Kohlensäure durch unter weiterer Behandlung in der Mühle. Nach kurzer Zeit hat sich Karbonat gebildet, welches dann mit Ammoniak unter Zugabe von 0,5% Anilin gleichfalls in der Kolloidmühle in eine Kupferoxydammoniaklösung übergeführt wird. Nun gibt man den Zellstoff zu, der dann, wie im Beispiel I angegeben, auch im gleichen Arbeitsgange unter der Bearbeitung in der Mühle in kurzer Zeit aufgelöst wird. Die angegebenen Mengenverhältnisse können innerhalb gewisser Grenzen verändert werden. An Stelle des Anilins kann auch ein aliphatisches Amin verwendet werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von verspinnbaren Kupferoxydammoniakzellstofflösungen mittels Kolloidmühlen unter Verwendung von Kupferpulver oder unlöslichen Kupferverbindungen, wie Kupferkarbonat, Kupferhydroxyd usw. als Ausgangsmaterialien, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionskomponenten in schnelllaufender Dispergiermaschinen aufeinander und auf die Zellulose in Anwesenheit von geringen Mengen von organischen Aminoverbindungen als dispersionsbeschleunigende Mittel zur Einwirkung gelangen.

Nach Feith und Ziegler.

329. J. Feith, Denver, Colo., und J. W. Ziegler, Kokomo, Ind. (J. Cl. Pat. ten, Kokomo, Ind.). Zelluloseartikel und Verfahren zu seiner Herstellung.

Ver. St. Amer. P. 1 523 476 vom 20. I. 1925.

Zur Herstellung von Kuprammoniumzelluloselösungen setzt man Kupferhydroxyd zu Ammoniak unter Rühren und unter weiterem Rühren Zellulose, filtriert die erhaltene Lösung und entfernt das überschüssige Ammoniak durch Erhitzen im Vakuum.

Nach J. P. Bemberg Akt.-Ges.

330. J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen. Ammoniakalische Kupferzelluloselösungen und Verfahren zur Herstellung von Fäden daraus.

Brit. P. 230 768 vom 6. I. 1925 (Prior. vom 24. VI. 1924.)

Lösungen von Zellulose in einer Mischung aus reinem Kupferhydroxyd und Ammoniak werden zum Verspinnen nach dem Streckspinnverfahren geeigneter, wenn man einen Elektrolyten zusetzt, z. B. Natriumsulfat. Durch diesen Zusatz wird es ermöglicht, die Temperatur des Fällbades auf 30° oder darunter herabzusetzen.

Über den Zusatz geschwefelter Körper zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen vgl. franz. P. 438 448, S. 475.

Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen durch hauptsächlich saure Mittel.

Nach Bronnert, Fremery und Urban.

331. Dr. E. Bronnert, Niedermorschweiler, Kr. Mülhausen i. Els., Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch, Reg.-Bez. Aachen. Verfahren zur Herstellung von festen, als Ersatz für Seide dienenden Fäden aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 125 310 Kl. 29 b vom 19. X. 1900 (gelöscht); brit. P. 4303¹⁹⁰¹; österr. P. 6150; Ver. St. Amer. P. 698 254.

Es ist bekannt, daß die in direkten Lösungsmitteln (Kupferoxydammoniak- oder Chlorzinklösung) gelöste Zellulose unter Zersetzung des Lösungsmittels durch Säuren wieder abgeschieden werden kann. Es ist auch schon mehrfach vorgeschlagen worden, eine geeignete Lösung von Zellulose durch Auspressen aus kapillaren Öffnungen in Säuren zu kontinuierlichen Fäden zu verarbeiten. Nicht bekannt hingegen war bisher die Wichtigkeit, welche sowohl die Konzentration der zur Anwendung gekommenen Säure als auch die Art der Säure selbst für die Qualität des erzeugten Fadens hat. Unter den verschiedenen in Vorschlag gekommenen Säuren verdient die Schwefelsäure wegen ihrer Billigkeit den Vorzug, wengleich auch die für den Zellulosefaden ganz unschädliche Essigsäure sowie andere Säuren in gewissen Fällen, wo es auf Festigkeit der erzeugten Fäden weniger ankommt, zur Anwendung kommen mögen. Wenn nun auch im allgemeinen bekannt ist, daß verdünnte Schwefelsäure zur Fadenbildung verwendet werden kann, so ist die Verwendbarkeit zur Erzeugung von feinen Fäden, welche bezüglich Festigkeit, Elastizität und Glanz den Anforderungen an einen Seidenersatz genügen sollen, doch an ganz bestimmte Bedingungen gebunden. Verwendet man nämlich die gewöhnlich als „verdünnte Schwefelsäure“ bezeichnete 10–20%ige Säure, so ist beim Auspressen der Zelluloselösung in diese die Ausscheidung der Zellulose nur unvollkommen. Die abgeschiedene Zellulose erleidet augenscheinlich eine gewisse Zersetzung. Der Faden reißt bei Abziehen häufig ab, ist klebrig und ermangelt nach dem Trocknen der nötigen Weichheit und Festigkeit.

Es hat sich nun herausgestellt, daß die Abscheidung in ganz anderer, technisch wertvoller Weise verläuft, wenn die Schwefelsäure in einer bedeutend höheren Konzentration, und zwar mit einem Gehalte von 30–65% Monohydrat, zur Verwendung kommt. Die unter diesen Umständen stattfindende sehr energische Reaktion scheint Hand in Hand zu gehen mit einem intramolekularen Vorgang, der eine festere Fügung des abgeschiedenen Zellulosefadens zur Folge hat. Es läßt sich infolgedessen der nasse Faden beim Austritt aus der Säure, gute Filtration der Zelluloselösung vorausgesetzt, in sehr vorteilhafter Weise mit großer Geschwindigkeit abziehen, ohne daß Reißen beim Aufwickeln der nassen

Fäden aufträte, und es entspricht der gewaschene und getrocknete Faden durchaus den gestellten Anforderungen. Die besten Ergebnisse werden bei gewöhnlicher Temperatur erzielt mit etwa 50% iger Säure; doch können bei geeigneter Abänderung der Temperatur der Säure behufs Regelung der Energie der stattfindenden Reaktion auch Säurekonzentrationen innerhalb der oben angeführten Grenzen Verwendung finden. Schwächere Säuren zeigen die bereits erwähnten Nachteile; stärkere Säuren wirken zu stark chemisch ein auf die abgedehnte Zellulose und bedingen leicht einen raschen Zerfall des Fadens.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von starken, elastischen, als Ersatz von Seide dienenden Zellulosefäden aus Lösungen von Zellulose in direkten Lösungsmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß zur Ausfällung der Zellulose in Form von Fäden eine 30–65% ige Schwefelsäure verwendet wird.

Nach Foltzer und Weiss.

332. J. Foltzer und E. Weiss, Basel. Einrichtung zur Herstellung von Fäden aus koagulierter Zellulose.

Schweiz. P. 37 584.

Die Spinnöffnung für die Kupferoxydammoniakzelluloselösung befindet sich in einem Fällbade aus Säure mindestens 250 mm unter dem Flüssigkeitsspiegel, um mit einem Bade eine ausreichende Fällung zu erzielen. Der Faden wird über einen V-förmigen Führer, der die Säure zurückhält, und eine Glaswalze in ein heraushebbares Sieb gebracht, welches sich in einem Bade aus konzentrierter Kalilauge befindet. Hier wird die Fällung beendet. In dem Kalilaugebade bleibt der Faden etwa eine Stunde, er wird dann mit verdünnter Oxalsäure gewaschen, aufgespult und unter starker Spannung getrocknet. Das Produkt soll biegsam und elastisch sein. (1 Zeichnung.)

Nach Société anonyme „La soie nouvelle“.

333. Société anonyme „La soie nouvelle“. Verfahren zur Herstellung glänzender Gespinnstfasern aus Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak.

Franz. P. 365 057; brit. P. 9254¹⁹⁰⁶ (J. A. M. J. Vermeesch); Ver. St. Amer. P. 836 620.

Als Fällmittel dient eine durch vorsichtiges Vermischen von Glycerin mit konzentrierter Schwefelsäure und Zusatz weiteren Glycerins erhaltene Mischung von Glycerinschwefelsäure (37,5%), Wasser (37,5%) und Glycerin (25%). Dies Gemisch fällt sehr rasch und energisch, das Glycerin macht den Faden weich, löst Kupferoxyd gut auf und hindert das Zusammenkleben der Fäden auf der Bobine. Die Fäden werden zur Entfernung der Schwefelsäure mit Lösungen neutraler Salze nachbehandelt. Auch alkalisch gemachtes Glycerin wird vorgeschlagen.

Nach Boucquey.**334. G. Boucquey.** Verfahren zur Herstellung glänzender Kunstseidefäden.

Franz. P. 368 706.

Das bekannte Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen durch Säuren bewirkte eine Entfernung von Kupfer und Ammoniak und dadurch eine gewisse Korrosion des Fadens. Ein festerer und besserer Faden wird erzielt, wenn mit sehr verdünnten Säuren gefällt wird, denen eine gewisse Menge Zucker, Melasse oder Glykose zugesetzt ist. Verdünnte Säuren von 20—30° ohne Zucker fällen die Zellulose unvollständig und es findet immer eine gewisse Zersetzung der ausgefallten Zellulose statt. Zuckerzusatz gibt eine vollständige Fällung, vermeidet jede Zersetzung der gefällten Zellulose und jede schädliche Einwirkung der Säuren. Die damit erhaltenen Fäden sind weicher und fester als die bekannten. Nach der Fällung werden die Fäden auf eine Walze aufgewickelt, die sich in verdünnter Säure dreht. Dadurch wird das noch anhängende Kupfer und Ammoniak entfernt. Dann wird gewaschen und gebleicht, z. B. mit Natriumbisulfit.

Nach Lecoeur.**335. A. Lecoeur.** Herstellung künstlicher Seide.Franz. P. 381 939; brit. P. 18 936¹⁹⁰⁷; Ver. St. Amer. P. 967 397.

Lösungen von Zellulose in kolloidalem Kupferoxydammoniak werden durch Lösungen von Alkalibisulfaten gefällt. Die Fällbäder werden so stark angewendet, daß sofortige Fällung eintritt. Die aus dem ersten Fällbad kommenden Fäden werden auf eine Spule aufgewickelt, die in ein zweites, verdünnteres Bisulfatbad taucht. Man erhält weiche, elastische und sehr widerstandsfähige Fäden.

Das Ver. St. Amer. P. erwähnt als zweites Bad auch Ätzalkalilauge für die Herstellung künstlichen Roßhaares.

Nach Friedrich.**336. Ph. Friedrich.** Verfahren zur Herstellung von Zellulosegebilden.Franz. P. 403 427; schweiz. P. 48 335; brit. P. 11 700¹⁹⁰⁹; Ver. St. Amer. P. 1 062 106 (Linkmeyer).

Gewisse Chloride von Erdalkalimetallen, z. B. Chlorkalzium, oder von Metallen der Magnesiumgruppe, z. B. Chlormagnesium, oder die Chloride der Erdmetalle, wie Chloraluminium, können mit Vorteil zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen benutzt werden. Man erhält besonders elastische und vollkommen durchsichtige Fäden, welche sogleich nach ihrer Fällung eine Festigkeit besitzen, die man bei Verwendung von Ätzalkalilösungen als Fällmittel nicht erzielt. Vorteilhaft wendet man die Fällbäder schwach sauer, und zwar salzsauer, an und hält sie während des Fällens schwach sauer. Man benutzt konzentrierte Lösungen der genannten Chloride, die kalt oder warm sein können. Die Erstarrung tritt augenblicklich ein, so daß die Arbeit sehr schnell vor

sich geht. Den Zelluloselösungen oder den Fällbädern können Alkohole, Kohlenhydrate, Gummiarten usw. zugesetzt werden.

Nach Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H.

337. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Groß-Auheim b. Hanau.
Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 221 041 Kl. 29 b vom 6. IX. 1908 (gelöscht).

Die bekannten Fällmittel für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, die Säuren und Laugen, erweisen sich insofern als nachteilig, als sie wegen ihrer ätzenden Eigenschaften das darin nötige Hantieren erschweren. Ferner koagulieren diese Chemikalien dicke Fäden nie sofort ganz durch. Deshalb ist es auch in der Regel nicht angängig, den Faden sofort nach dem Entstehen zu waschen, vielmehr ist zumeist erst nach einer Nachkoagulation der Faden fest genug, um einer weiteren Behandlung durch Wasser usw. unterworfen werden zu können. Schließlich können durch Laugen nicht ganz feine und feinste Fädchen erzielt werden, wenn man nicht das Streckspinnverfahren anwendet.

Es wurde gefunden, daß die sauren schwefligsauren Salze als Fällmittel die obigen Nachteile nicht zeigen. Die Anwendung der Bisulfite ermöglicht ein bequemes Arbeiten, ein sofortiges Durchkoagulieren und die Herstellung dünnster Fäden. Die Bisulfite als schwachsaure Salze wirken wie eine schwache Säure, ohne die Nachteile der häufig angewandten Schwefelsäure zu haben, die wahrscheinlich infolge von Bildung von Hydrozellulose ein sprödes und zu künstlichem Roßhaar unbrauchbares Produkt aus der Lösung der Zellulose ausscheidet. Als Säure haben die Bisulfite noch den besonderen Vorteil, daß alles Ammoniak der Kupferoxydammoniakzellulose durch sie neutralisiert wird, daß also keine Belästigung des Arbeiters durch Ammoniak entsteht, ferner die Vorteile, daß die Wiedergewinnung des an schweflige Säure gebundenen Ammoniaks sehr leicht ist, und daß das Auswaschen des Kupfers, das zum größten Teil als Kupfertetraminsulfid in wäßriger Lösung geht, leicht ist. Schließlich ist das Bisulfid billiger als Natron.

Zur Herstellung von Fäden läßt man Kupferoxydammoniakzelluloselösung in bekannter Weise in eine kalte oder warme gesättigte Lösung von z. B. Natriumbisulfid eintreten. Den erstarrten Faden wickelt man auf eine in Wasser umlaufende Walze auf. Nach dem Waschen wird der hellgrüne Faden von den letzten Spuren des Kupfers durch Waschen mit schwacher Säure befreit. Nach nochmaligem Waschen mit Wasser ist der Faden fertig zum Trocknen. Einem schnellen Erschöpfen des Koagulierungsbadens wird dadurch wirksam begegnet, daß man Schwefligsäuregas in das Bad leitet, wodurch entweder das vorhandene neutrale Sulfid zum Bisulfid regeneriert wird oder die schweflige Säure mit dem Ammoniak aus der Kupferoxydammoniakzellulose Ammonbisulfid bildet. Um dem mit dem Bisulfid gefällten Faden noch erhöhte Festigkeit zu verleihen, wird er in seinem entkupferten, gallertartigen Zustande einer Nachbehandlung mit Natronlauge unterworfen. Als besonders

vorteilhaft erwies sich die Behandlung des Fadens mit konzentrierter, auf etwa 70° C erwärmter Natronlauge. Von sauren Salzen ist Bisulfat als Fällmittel für Kupferoxydammoniakzelluloselösung bekannt, allein diesem kommen keineswegs die Wirkungen des Bisulfits zu. Vor allem hat dieses zum Unterschied von Bisulfat reduzierende Eigenschaften und bleicht infolgedessen gleichzeitig mit der Koagulation den Faden, so daß bei diesem Fällmittel ein erheblich weißeres Produkt erzielt wird als bei sonstigen Fällmitteln, insbesondere auch bei Bisulfat. Außerdem fällt Bisulfit so schnell und kräftig, daß die bei dem Sulfat vorgeschriebene Fertigoagulation in einem zweiten Fällbad hier wegfällt und der Faden sofort gewaschen werden kann, eine nicht zu unterschätzende Vereinfachung der ganzen Arbeit.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man als Fällmittel konzentrierte kalte oder warme Lösungen schwefligsaurer Salze anwendet.

2. Bei dem Verfahren nach Anspruch 1 die Regenerierung des Fällbades, dadurch gekennzeichnet, daß man diesem während des Fällprozesses gasförmige schweflige Säure zuführt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die nach der Koagulation unmittelbar entkupferten und gewaschenen Fäden einer Nachbehandlung mit Natronlauge unterworfen werden.

Saure Fällmittel verwenden noch die S. 205 und S. 999 behandelten Verfahren.

Nach Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges. und Wagner.

338. Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges. und A. Wagner, Pirna. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide nach dem Kupferoxydammoniakzelluloseverfahren.

D.R.P. 385 500 Kl. 29b vom 30. V. 1922.

Es ist bekannt, Kunstseide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung dadurch herzustellen, daß man die Lösung durch enge Öffnungen in saure oder alkalische Flüssigkeiten austreten läßt, wodurch die Erstarrung eintritt. Als Fällflüssigkeit benutzte man hochprozentige Schwefelsäure oder Natronlauge. Der Verwendung solcher Fällbäder, die eine starke chemische Wirkung haben, haften wesentliche Nachteile an, welche durch vorliegende Erfindung vermieden sind. Die Erfindung beruht auf der Beobachtung, daß die Erstarrung von Kupferoxydzelluloselösung bei Austritt aus feinen Öffnungen besonders schonend durch eine Eisensulfatlösung erfolgt. Es scheint, als ob hierbei die reduzierenden Eigenschaften des Ferrosulfats besonders vorteilhaft wirken. Das Lösungsmittel der Kupferzelluloselösung, nämlich das Ammoniak, wird durch das Eisensalz unter Bildung von Ammonsulfat und Eisenhydroxyd beseitigt, wodurch die Koagulation des Fadens eintritt.

Beispielsweise wird eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung, die etwa 7% Zellulose enthält, aus feinen Öffnungen in eine 30% Ferro-

sulfat enthaltende wäßrige Lösung gespritzt. Dabei entstehen dunkelgelb bis braun aussehende Zellulosefäden, welche Kupfer- und Eisenhydroxyde enthalten. Die Fäden werden in bekannter Weise von Spulen oder Zentrifugen aufgenommen, mit verdünnter Säure entkupfert und enteisent, gewaschen, in bekannter Weise getrocknet und weiter verarbeitet.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstseide nach dem Kupferoxydammoniakzelluloseverfahren, darin bestehend, daß man ein Fällbad verwendet, das aus einer wäßrigen Lösung von Eisensulfat besteht.

Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen durch hauptsächlich alkalische Mittel.

Nach Linkmeyer.

339. R. Linkmeyer. Herstellung glänzender Zellulosefäden.
Franz. P. 347 960.

Wendet man statt der bisher zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen verwendeten sauren oder neutralen Flüssigkeiten Ätzalkalien an, so erhält man ebenfalls einen Faden, der sich aber von den nach den bekannten Verfahren erzielten schon dadurch unterscheidet, daß er nicht undurchsichtig, milchig und bläulich, sondern blau, durchsichtig wie Glas und bereits in feuchtem Zustande sehr deutlich seidenglänzend ist. Befreit man den Faden durch Waschen mit Wasser und Säure, u. U. nachdem das Ammoniak verdampft ist, von Alkalien und Kupfersalzen, so bekommt man einen Faden, der fast seine ganze Durchsichtigkeit bewahrt hat, sehr glänzend und in feuchtem Zustande sehr widerstandsfähig ist. Ist der Faden in gespanntem Zustande getrocknet, so weist er eine Festigkeit und einen Glanz auf, wie sie bisher nicht erhalten wurden. Das Alkali des Fällbades wirkt anscheinend in derselben Weise wie bei der Mercerisierung.

340. Société générale de la soie artificielle Linkmeyer. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus künstlicher Seide durch Fällen von Zelluloselösungen mittels Alkali.

Franz. P. 361 061; brit. P. 3549¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 857 640.

Bei der Herstellung künstlicher Seide durch Fällen kupferammoniakalischer Zelluloselösungen werden die Fäden, nachdem sie durch Fixier- oder Formbäder von Salzen, Ätznatron oder Ätzkali gezogen sind, nach vorliegendem Verfahren von der Hauptmenge des darin enthaltenen Ammoniaks befreit, bevor der Rest durch verdünnte Säure entfernt wird. Dies geschieht, wie im franz. P. 347 960 (s. vorstehend) beschrieben ist, durch Verdampfung an der Luft, besser dadurch, daß man Luft oder andere geeignete Gase durch die feucht auf durchlochte Zylinder aufgewickelten Fäden durchdrückt oder durchsaugt oder Salzlösungen verwendet, welche, wie Natrium- oder Kaliumkarbonat, Chromate, Oxalate, Phosphate, Borate oder Jodide, Ammoniak absorbieren und mit dem in

den Fäden enthaltenen Kupferhydroxyd wasserunlösliche Verbindungen geben, die in Säuren leicht löslich sind. Diese Lösungen werden zweckmäßig bei den auf durchlochete Rollen aufgewundenen Fäden angewendet.

341. C. R. Linkmeyer, Bremen. Verfahren zur Herstellung feiner künstlicher Fäden.

Ver. St. Amer. P. 1 022 097.

Bei der Herstellung feiner Kunstfäden durch Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen werden bisher zwei Verfahren innegehalten. Bei dem einen wird nur eine sehr stark wirkende Fällflüssigkeit benutzt, in der der Faden sofort durch und durch koaguliert wird; man nennt dies das direkte Verfahren. Bei dem anderen Verfahren werden zwei getrennte Fällflüssigkeiten von verschiedener Stärke benutzt. In dem ersten schwächeren Bade wird der Faden nur teilweise koaguliert, er erhält nur geringe Stärke und ist noch sehr dehnbar, so daß er zu einem dünnen Faden ausgezogen werden kann, worauf er in das zweite konzentrierte Bad kommt, in dem er fertig koaguliert wird. Beide Verfahren haben große Nachteile. Bei dem direkten Verfahren muß der Faden aus sehr feinen Öffnungen, etwa von der Größe des gewünschten Fadens, austreten. Diese feinen Spinnöffnungen geben leicht zu Betriebsstörungen Anlaß. Bei dem mit zwei Flüssigkeiten arbeitenden Verfahren können die Spinnöffnungen allerdings größer sein, da der halbstarre Faden in dem ersten Bade zu der gewünschten Dicke ausgezogen wird. Aber hier ist es schwer, den empfindlichen halbstarren Faden in das zweite Bad zu bringen. Es wurde nun gefunden, daß Kupferoxydammoniakzelluloselösungen von hoher Viskosität in einem und demselben Bade zu feinen Fäden ausgezogen und vollkommen gehärtet werden können, so daß die Fäden sofort gespult werden können, ohne ein zweites Bad durchlaufen zu müssen. Der richtige Grad der Viskosität wird daran erkannt, daß die Spinnmasse an der Luft zu Fäden von über 50 cm Länge ausgezogen werden kann. Besonders geeignet sind Lösungen, die neben Zellulose andere Stoffe pflanzlichen Ursprungs, z. B. andere Kohlenhydrate, enthalten; der Gehalt der Lösung an Ammoniak wird niedriger gehalten als dem Gewicht der gelösten Zellulose entspricht. Das Bad muß so konzentriert gehalten werden, daß der aus der Spinn-düse austretende Faden ohne zu reißen durch die ersten 10 cm des Fällbades geführt werden kann. Ein Bad aus kaustischem Alkali und Alkalichlorid kann verwendet werden, doch können auch alle anderen für diesen Zweck bekannten Fällbäder Anwendung finden, z. B. Natronlauge, zuckerhaltige Natronlauge, Kalziumsaccharat, Glycerinschwefelsäuren usw. Die zu verspinnende Lösung, die z. B. 150 g Zellulose und etwa 135 g Ammoniak im Liter enthält, wird aus einem Behälter einem ringförmig gekrümmten Rohre zugeleitet, an welches die nach unten gerichteten Spinnröhrchen angesetzt sind. Sie tauchen in einen oben offenen Trichter, der sich in ein schwach nach oben gerichtetes Rohr fortsetzt. Die Spinnöffnungen sind 0,35—0,4 mm weit. Dem erweiterten Teil des Spinntrichters läuft dauernd die Fällflüssigkeit in solcher Menge

zu, daß die aus den Spinnröhrchen austretenden Fäden fortgeführt, feiner ausgezogen und einer in der Luft umlaufenden Rolle zugeleitet werden. Die Fäden werden sofort in der Feinheit koaguliert, in der sie sich bilden, und werden ohne Verlust aufgespult. Die Fällflüssigkeit, z. B. eine Lösung von 1 l Natronlauge 38° Bé. und 4 kg Kochsalz in 100 l Wasser, fließt aus einem höher gelegenen Behälter dauernd zu und wird in einem den Spinntrichter umgebenden Gefäß durch einen Überlauf auf gleichbleibender Höhe gehalten. Durch eine Pumpe kann sie immer wieder zurückgepumpt und wiederbenutzt werden. Es kann ein Faden von 35 m Länge in 1 Minute gesponnen werden. (1 Zeichnung.)

Nach Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning.

342. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. Main, übertragen auf Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges., Elberfeld. Verfahren zur Darstellung glänzender Fäden aus einer Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak.

D.R.P. 186 387 Kl. 29b vom 14. IX. 1904 (gelöscht); österr. P. 28 151; brit. P. 21 988¹⁹⁰⁴; Ver. St. Amer. P. 779 175; franz. P. 350 220.

Es sind Verfahren bekannt, die es ermöglichen, aus Zellulose glänzende Fäden herzustellen. So die Verfahren von Despaissis und von Pauly¹⁾, die chemisch darauf beruhen, daß die Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak durch Säuren gefällt werden.

Demgegenüber wurde nun gefunden, daß die Lösung der Zellulose in Kupferoxydammoniak auch zu glänzenden Fäden verarbeitet werden kann, indem man sie durch feine und feinste kapillare Öffnungen in konzentrierte Ätzalkalilösungen austreten läßt. Der Faden wird sofort aufgewunden, nacheinander mit Säuren und Wasser gewaschen und schließlich getrocknet. Durch dieses Verfahren wird die Zelluloselösung oder richtiger die Lösung des in der Kupferoxydammoniaklösung enthaltenen Hydrationsproduktes der Zellulose durch die konzentrierte Alkalilauge gefällt, und zwar in Form einer Kupferzelluloseverbindung. Die Tatsache einer Fällung der Kupferoxydammoniaklösung der Zellulose durch Alkali wird bereits nach einem bekannten Verfahren zur Herstellung eines filzartigen Stoffes benutzt und das gefällte Produkt als gallertartige verklebende Masse beschrieben²⁾. Nach dem neuen Verfahren entsteht demgegenüber die Kupferzelluloseverbindung in Form eines zusammenhängenden, nicht verklebenden Fadens, und dieser Kupferzellulosefaden ist — im Gegensatz zu dem durch Säure abgeschiedenen Zellulosefaden — durch große Elastizität ausgezeichnet, welche die Herstellung eines ununterbrochenen Fadens sehr sicher macht. Der Kupferzellulosefaden kann dann weiter durch Säuren entkupfert werden, ohne daß seine Festigkeit leidet, und ohne daß er milchig oder trübe wird. Der mit Wasser gewaschene und dann getrocknete Faden zeichnet sich durch Glanz und Feinheit aus, er kommt den bekannten Handelsprodukten in diesen Eigenschaften mindestens gleich und besitzt diesen

¹⁾ Siehe S. 182 und 183. — ²⁾ Siehe D.R.P. 106 043 Kl. 29b.

gegenüber noch eine größere Festigkeit auch im feuchten Zustand. Die Herstellung der glänzenden Fäden erfolgt dadurch, daß man eine in üblicher Weise hergestellte Kupferoxydammoniakzelluloselösung unter Druck durch möglichst feine kapillare Öffnungen hindurch in konzentrierte Natronlauge von z. B. 40% eintreten läßt. Es bildet sich ein Faden, der sofort auf eine Trommel aufgewunden wird. Die anhaftende Alkalilauge kann zunächst mit Wasser abgespült werden; dann wird zur Entfernung des Kupfers mit Säure, z. B. 10% iger Schwefelsäure oder 12% iger Essigsäure, dann mit Wasser gewaschen und schließlich getrocknet.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung glänzender Fäden aus einer Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak, dadurch gekennzeichnet, daß man diese Lösung aus feinen kapillaren Öffnungen in konzentrierte Ätzalkalilauge austreten läßt, den entstehenden Faden aufwickelt, nacheinander mit Säuren und Wasser wäscht und schließlich trocknet.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

343. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Darstellung glänzender Fäden aus einer Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak.

D.R.P. 190 217 Kl. 29 b vom 29. IX. 1904 (gelöscht), Zus. z. P. 186 387.

Durch das Patent 186 387 (s. vorstehend) ist ein Verfahren zur Darstellung glänzender Fäden geschützt, das darauf beruht, daß beim Austreten von Kupferoxydammoniaklösungen der Zellulose oder ihrer Hydrationsprodukte durch kapillare Öffnungen in konzentrierte Alkalilösungen eine Fällung in Form von Fäden entsteht, die aufgewunden, nacheinander mit Säuren und Wasser gewaschen und schließlich getrocknet seidenähnlich sind und sich durch Festigkeit und Glanz auszeichnen.

Es wurde nun gefunden, daß an Stelle der konzentrierten Alkalilauge auch verdünnte Alkalilauge verwendet werden kann. Das Verfahren oder das erhaltliche Produkt bleibt im übrigen identisch mit dem in dem Hauptpatent beschriebenen. Alkalilaugen, die weniger als 5% Alkali enthalten, sind für vorliegenden Zweck nicht brauchbar. Durch 3% ige Alkalilauge wird allerdings auch sofort ein Faden gebildet, jedoch ist seine Festigkeit gering, praktisch nicht befriedigend.

Beispiel: Eine bei gewöhnlicher Temperatur hergestellte Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak, die etwa 5% Zellulose enthält, läßt man unter geringem Druck durch eine feine Öffnung austreten, an der eine etwa 8% ige Natronlauge vorbeifließt. Der entstehende Faden wird aufgehaspelt, mit Schwefelsäure und dann mit Wasser gewaschen und schließlich getrocknet. Man erhält so glänzende feste Fäden.

Patentanspruch: Ausführungsform des Verfahrens nach Patent 186 387, dadurch gekennzeichnet, daß an Stelle von konzentrierten Alkalilaugen verdünnte Alkalilaugen verwendet werden, die jedoch mindestens 5% Alkali enthalten.

344. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung kupferarmer, nach dem Waschen in bekannter Weise unmittelbar trockenbarer Kupferzelluloseverbindungen in Form von feinen oder gröberer Fäden oder Filmen.

D.R.P. 208 472 Kl. 29 b vom 23. IV. 1907; österr. P. 35 275; franz. P. 385 083 (Société anonyme française la soie artificielle); schweiz. P. 41 554; brit. P. 27 707¹⁹⁰⁷; Ver. St. Amer. P. 1 030 251.

Durch die Patente 186 387 und 186 766¹⁾ sind Verfahren geschützt, mittels konzentrierter Natronlauge Kupferzellulosefäden herzustellen, denen nach zur Entfernung der anhaftenden Natronlauge und des Ammoniaks erfolgtem Waschen das Kupfer mit Säuren entzogen wird. Die verbleibenden Zellulosefäden werden dann unter Spannung in üblicher Weise getrocknet. Für einzelne Verwendungszwecke können zwar die zunächst erhaltenen Kupferzellulosefäden auch unmittelbar getrocknet werden, doch ist dabei immer eine gewisse Vorsicht nötig, um Zersetzung des Zelluloseanteils und Schädigung der Festigkeit der Fäden zu vermeiden. Die so gewonnenen Kupferzellulosefäden enthalten Zellulose und Kupfer im Verhältnis von 1 Mol. Zellulose zu 1 At. Kupfer.

Es hat sich nun gezeigt, daß wesentlich kupferärmere, auf 1 Mol. Zellulose nur $\frac{2}{3}$ oder gar nur $\frac{1}{2}$ At. Kupfer enthaltende Gebilde mit neuen wertvollen Eigenschaften hergestellt werden können, wenn der als Koagulationsflüssigkeit dienenden konzentrierten Natronlauge gewisse Stoffe, wie Glykose, Saccharose, Laktose, Glyzerin, zugesetzt werden. Diese Stoffe sind zwar teilweise als Fällmittel für Kupferzelluloseammoniaklösungen bekannt, können aber nicht als eigentliche Koagulationsmittel gelten, da es mit ihrer Hilfe allein nicht gelingt, technisch brauchbare künstliche Fäden zu erzeugen. Bei dem vorliegenden Verfahren scheinen sie mit in das Molekül der ausfallenden Kupfernatronzellulose einzutreten. Sie äußern außerdem ihre Wirkung dahin, daß beim Waschen der Fäden mit Wasser behufs Entfernung der Natronlauge ein erheblicher Teil des Kupfers in kolloidaler Lösung mit weggeführt wird, und zwar ohne Schädigung der Festigkeit und besonders auch der Wasserfestigkeit der Fäden. Diese kupferarmen Fäden sind malachitgrün, schön durchsichtig glänzend. Sie können ohne Nachteil auch bei Temperaturen von etwa 100° unmittelbar und schnell getrocknet werden. Aus den trockenen Fäden kann der Rest des Kupfers jederzeit mit Leichtigkeit, z. B. mit Säure, entfernt werden, ohne daß dadurch den guten Eigenschaften der Fäden Abbruch getan würde. Es ergibt sich hierdurch gegenüber der früheren Arbeitsweise eine recht wesentliche Zeitersparnis.

Beispiel: Nach einem der bekannten Verfahren hergestellte Kupferzelluloseammoniaklösung wird durch feine oder gröbere Kapillarröhrchen einlaufen gelassen in ein Gemisch von 32 T. Ätznatron, 8 T. Saccharose und 100 T. Wasser. Die Fällflüssigkeit färbt sich durch suspendiertes Kupferoxydul rasch ziegelrot, wodurch etwa abreißende Fädchen leicht

¹⁾ Siehe S. 318 und 997.

sichtbar werden. Die gebildeten Fädchen werden in üblicher Weise gewaschen und unmittelbar unter Spannung getrocknet. Den trockenen Fäden wird durch Waschen mit verdünnter, z. B. 2% iger Schwefelsäure das Kupfer entzogen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung kupferarmer, nach dem Waschen in bekannter Weise unmittelbar trockenbarer Kupferzelluloseverbindungen in Form von feineren oder gröberen Fäden oder Filmen, darin bestehend, daß überschüssiger, zur Koagulation von Kupferzelluloseammoniaklösungen in bekannter Weise dienender konzentrierter Natronlauge Glykose, Saccharose, Laktose oder Glycerin zugesetzt werden.

345. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung kupferarmer, nach dem Waschen unmittelbar trockenbarer Kupferzellulosegebilde in Form von feinen oder gröberen Fäden oder Filmen.

D.R.P. 218 490 Kl. 29 b vom 23. IV. 1907 (gelöscht), Zus. z. P. 208 472.

Bei der im Hauptpatent (s. vorstehend) beschriebenen Erfindung werden die erhaltenen Gebilde zu Befreiung von Natronlauge und überschüssigem Fällmittel vor dem Trocknen mit Wasser gewaschen.

Es hat sich nun gezeigt, daß die Waschung und die darauf folgende Trocknung viel rascher beendet werden können, wenn die eben geformten Gebilde durch ein Bad von Magnesiumsulfat, Aluminiumsulfat oder ähnlichen Salzen, die eine in Wasser unlösliche, für die Zellulosegebilde unschädliche Base enthalten, gezogen werden. Man hat zwar bereits bei der Herstellung von Kunstfäden aus Nitrozellulose vorgeschlagen, dem Denitrierungsbad Magnesiumsulfat zuzusetzen, und zwar zu dem Zweck, die schädliche Wirkung des freien Natrons in dem Denitrierungsbade zu beseitigen. Hier wird dagegen beabsichtigt, durch die Salze des Magnesiums usw. auf die chemische Verbindung von wesentlich reiner Zellulose mit Alkali, Kupfer und u. U. Zucker, aus der der Faden besteht, so einzuwirken, daß das Waschen und das Trocknen der Fäden beschleunigt werden können, ohne daß eine Schädigung der Fäden hervorgerufen wird. Auf diese Weise werden auch die letzten Spuren von Natron, die sonst von schädlichem Einfluß auf die Gebilde beim Trocknen sind, entfernt, während etwa abgeschiedenes Magnesium- oder Aluminiumhydroxyd völlig unschädlich ist. Das Magnesium- oder Aluminiumsulfat kann immer wieder regeneriert werden, indem das abgeschiedene Hydrat mit Schwefelsäure wieder in Lösung gebracht wird. Zweckmäßig wird dabei stets so viel Schwefelsäure dem Bade zugesetzt, daß es durch Hydroxyd gerade noch milchig getrübt bleibt. Die völlige Entkupferung der so gewonnenen Gebilde erfolgt bei feinen Fäden zweckmäßig erst nach der Verzwirnung und u. U. weiteren Verarbeitung, wodurch eine wesentliche Beschleunigung der Fabrikation und eine wirtschaftlich vorteilhaftere Wiedergewinnung des Kupfers ermöglicht wird, als wenn, wie üblich, die Entkupferung an den nassen, frischgefällten Fäden auf der Walze vorgenommen wird.

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des Verfahrens nach Patent 208 472, dadurch gekennzeichnet, daß die nach dem Verfahren des Hauptpatentes koagulierten kupferhaltigen Gebilde vor dem Trocknen durch ein Bad von Magnesiumsulfat, Tonerdesulfat oder einem ähnlichen Salz, das eine die Zellulose beim Trocknen nicht schädigende Base enthält, gezogen und dann erst in üblicher Weise getrocknet werden.

346. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung kupferarmer Kupferzelluloseverbindungen.

D.R.P. 229 863 Kl. 29 b vom 1. X. 1907 (gelöscht), Zus. z. P. 208 472; österr. P. 35 275; franz. P. 9253, Zus. z. P. 385 083 (Société anonyme „La soie artificielle“); brit. P. 9268¹⁹⁰⁸; Ver. St. Amer. P. 1 030 251.

Bei dem Verfahren des Hauptpatentes¹⁾ wird konzentrierte Natronlauge unter Zusatz von Glykose, Saccharose, Laktose oder Glycerin als Fällmittel verwendet, wobei das beim Spinnen in der alkalischen Zuckerlösung in Lösung gehende Kupferhydroxyd unter Rotfärbung der Fällflüssigkeit reduziert wird und als Oxydul zu Boden sinkt. Es hat sich nun gezeigt, daß, wenn die Reduktion durch Erwärmen der Fällflüssigkeit, und zwar je nach dem Kaliber der kapillaren Spinddüsen, aus denen die Zelluloselösung herausgepreßt wird, auf Temperaturen von etwa 45—85° beschleunigt wird, das Spinnen ganz bedeutend erleichtert wird. Das Kupfer wird rascher ausgeschieden, das Ammoniak energischer ausgetrieben, wobei jenes als Oxydulschlamm abgelassen, dieses unter Absaugen zur Kondensation gebracht und beide in den Kreislauf der Fabrikation zurückgebracht werden können. Weiter aber kann infolge der energischen Koagulation, ähnlich wie bei der Verwendung von zuckerfreier, reiner, erwärmter, konzentrierter Natronlauge, ohne daß ein Reißen der Fäden eintritt, eine mehr als doppelt so große Abzugsgeschwindigkeit erreicht werden, wodurch die Rentabilität der Fabrikation ganz erheblich gesteigert wird. Gegenüber der bekannten Anwendung von warmer Natronlauge ohne Zucker als Koagulierungsbad weist das vorliegende Verfahren den Vorteil auf, daß schon die kupferhaltigen Fäden, nachdem sie getrocknet sind, einen schönen Glanz besitzen, und daß die nach dem Trocknen entkupferten Fäden ebenso glänzend sind wie solche, die ohne vorheriges Trocknen von Kupfer befreit wurden, so daß also die Fabrikation ohne Nachteil für das Endprodukt vor der Entkupferung unterbrochen¹⁾ werden kann.

Patentanspruch: Ausführungsform des Verfahrens gemäß Patent 208 472, dadurch gekennzeichnet, daß die mit Glykose, Saccharose, Laktose oder Glycerin versetzte, als Fällflüssigkeit dienende konzentrierte Alkalilauge auf einer Temperatur von 45—75° gehalten wird.

347. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von Zelluloseprodukten aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

Österr. P. 35 272; brit. P. 22 092¹⁹⁰⁷.

Es ist bekannt, künstliche Seide, künstliches Roßhaar, Bändchen, Filme u. dgl. durch Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen

¹⁾ Siehe S. 320.

mit Natronlauge und nachträgliches Entkupfern der Gebilde mit Säure herzustellen. Bekannt ist auch der günstige Einfluß einer Nachbehandlung der gefällten kupferhaltigen Gebilde mit Natronlauge in bezug auf Glanz und Festigkeit. Schließlich ist auch ein Verfahren bekannt, demzufolge auf etwa 40° C erwärmte Lauge zur Fällung benutzt wird. Bei diesem Verfahren soll zunächst keine völlige Trennung der Kupferzellulose von ihrem Lösungsmittel bewirkt, sondern lediglich eine dünne, elastische Haut gebildet werden, die den flüssig bleibenden Inhalt umschließt. Die vollständige Koagulation geht erst langsam an der Luft vor sich, wobei die Gegenwart des Kupferoxydammoniaks das natürliche Koagulationsbestreben der Gebilde unterstützt. Die glanzlos gewordenen Gebilde müssen dann behufs Wiederherstellung des Glanzes nochmals mit Natronlauge behandelt und endlich mit Säure entkupfert werden.

Es hat sich nun ergeben, daß es vorteilhaft ist, die Temperatur der Fällauge noch weiter zu steigern, und zwar auf 45–65° C, und die Koagulation der entstandenen Gebilde sofort in der Fällflüssigkeit selbst zu vollenden. Es können dabei Laugen von 10–40% und mehr Verwendung finden. Der Zerfall der Kupferoxydammoniakzelluloselösung ist dabei fast augenblicklich. Der erzielte technische Fortschritt besteht dabei darin, daß ohne Fadenbruch eine mit der Temperatur in den angegebenen Grenzen stetig steigende Abzugsgeschwindigkeit erzielt wird, und daß das ausgetriebene Ammoniak leicht entfernt und wiedergewonnen werden kann. Auch nehmen die bei 45–65° C entstandenen Gebilde Farbstoffe stärker auf als die bei 40° C erhaltenen. Eine Nachbehandlung mit Natronlauge ist nicht nötig. Die aus der warmen Lauge kommenden Gebilde können sofort in bekannter Weise mit Wasser von Natronlauge und mit Säure von Kupfer befreit werden, ohne daß Glanz, Festigkeit und Elastizität eine Einbuße erleiden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zelluloseprodukten aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mittels erwärmter Ätzalkalilauge als Fällmittel, dadurch gekennzeichnet, daß die Ätzalkalilauge auf einer Temperatur von 45–65° C gehalten wird und die entstandenen Gebilde in bekannter Weise sofort in der Fällflüssigkeit selbst vollständig koaguliert werden.

348. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur kontinuierlichen oder nur beschränkt unterbrochenen Herstellung von Zellulosefäden.

D.R.P. 259 816 Kl. 29b vom 21. X. 1910 (gelöscht); österr. P. 60 446; schweiz. P. 53 936; franz. P. 424 419; brit. P. 20 046¹⁹¹⁰.

Die österreichische Patentschrift 35 269¹⁾ beschreibt ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von künstlichen Textilfäden aus wäßrigen Zelluloselösungen. Das Verfahren leistet ausgezeichnete Dienste bei der früher ausschließlich geübten Fällung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen in Schwefelsäure und macht die dabei bislang verwendeten Glaswalzen und die durch sie bedingte Behandlungsweise überflüssig.

¹⁾ Siehe S. 188.

Vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen oder nur beschränkt unterbrochenen Herstellung von Zellulosegebilden, insonderheit Zellulosefäden, bei welchen diese Gebilde durch Ausfällen aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen in einem zuckerhaltigen Alkalibade erzeugt werden. Solche Fällung ist beispielsweise in der Patentschrift 208 472¹⁾ beschrieben. Versuche haben gezeigt, daß, wenn man nur die an diesen gefällten Zellulosegebilden (kurzweg Fäden genannt) anhängende Natronlauge mit Wasser abwäscht, was daran erkannt wird, daß die in der genannten Patentschrift erwähnten, durchsichtig glänzenden malachitgrünen Fäden erhalten werden, man in einem kontinuierlichen Betriebe zu guten Gebilden gelangt, sobald man das den Gegenstand vorliegender Erfindung bildende kombinierte Verfahren ausführt.

Es hat sich gezeigt, daß für dieses Verfahren die Benutzung von zuckerhaltiger Natronlauge, wie solche z. B. bei dem Verfahren der Patentschrift 208 472 angewendet wird, notwendige Bedingung ist, und daß man die einfache Natronfällung nicht anwenden darf. Die Verwendung von zuckerhaltiger Natronlauge als Fällungsmittel ist aber in dem den Gegenstand vorliegender Erfindung bildenden kombinierten Verfahren auch nur zu verwenden, wenn man sich mit dem Waschen der Gebilde mit nur warmem (nicht heißem) Wasser in dem Maße begnügt, daß nur die anhängende Lauge abgespült oder abgespritzt wird. So weit zu waschen ist allerdings erforderlich, denn wäscht man nicht so weit, so bleibt Natron darin und der Faden schwärzt sich beim Trocknen durch Kupferoxyd, das den Faden oxydiert und schwächt. Daß man auf solche Weise schöne, durchsichtig glänzende, kupferarme Fäden erhalten kann, die auch unmittelbar schnell getrocknet werden können, und daß aus solchen trocknen Fäden der Rest des Kupfers z. B. mit Säure leicht entfernt werden kann, ist in der Patentschrift 208 472 bereits angegeben. Die Erkenntnis aber, daß es notwendig ist, um ein kontinuierliches Verfahren zu ermöglichen, das Waschen der Fäden nur bis zur Entfernung der anhängenden Natronlauge und dazu nur mit warmem Wasser zu bewirken, ist dieser Patentschrift nicht zu entnehmen, weil dort in dem Beispiel nur von einem Waschen in üblicher Weise gesprochen ist.

Bei den Versuchen wurde ferner gefunden, daß man dieses Verfahren noch dadurch besonders sicher gestalten kann, daß man statt Glaswalzen eiserne Walzen für dieses Waschen benutzt, weil sich herausgestellt hat, daß die in den Fäden und in der anhaftenden Lauge enthaltenen Kupferverbindungen von den eisernen Walzen nicht derart chemisch beeinflusst werden, daß an den Berührungsstellen irgendwelche Mißfärbungen auftreten, trotzdem das Eisen ja leicht geneigt ist, an die Stelle von Kupfer zu treten. Nach vorliegender Erfindung kann man auch deswegen diese eisernen Walzen benutzen, weil bei dem ihren Gegenstand bildenden kombinierten Verfahren die Befreiung der getrockneten Fäden von dem Kupferrest mit Hilfe von Säure erst ge-

¹⁾ Siehe S. 320.

schiebt, sobald diese Fäden in Strangform sich befinden, also nicht mehr auf Walzen gelagert sind.

Dieses den Gegenstand vorliegender Erfindung bildende kombinierte Verfahren kann nun folgendermaßen ausgeführt werden. Zweckmäßig verfährt man bei den aus Fadenbündeln bestehenden Gebilden (Glanzstoffseide) so, daß man die dem warmen Zuckernatronfällbad entstehenden Fädchen zusammenführt und auf eisernen Trommeln aufnimmt, dann mit warmem Wasser nur so lange abspritzt, bis die anhaftende Natronlauge entfernt ist, was an dem Klarwerden des Fadens ersichtlich ist, dann unter geeignetem Rotieren der Trommeln in warmem Wasser behufs leichter Loslösung abwickelt und schließlich über die geheizte Platte oder Trommel der Zwirnspeule zuführt. Zwischen Trockenvorrichtung und Zwirnspeule benetzt man das warme Faserbündel behufs Kühlung, Minderung der Sprödigkeit, Spannung und des Auseinandergehens und zur Erhöhung der Zwirnbarkeit sowie zum Einschmieren des Läufers der Ringzwirnspeindel z. B. mit schwachem Seifenwasser. Im Falle von dickeren Einzelfäden wird ebenso verfahren, nur kann die Netzung des getrockneten Fadens unterbleiben, da der dicke Faden nicht spröde ist und von einer Spule oder einem Haspel aufgenommen wird, da er keiner Zwirnung bedarf. Bei diesem Verfahren geschieht die Entkupferung der fadenförmigen Zellulosegebilde in der Weise, daß man sie in Strangform mit Säure (z. B. verdünnter Schwefelsäure) behandelt, danach mit Wasser wäscht und nunmehr trocknet. Dieses Waschen in Strangform ist von technischer Bedeutung.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur kontinuierlichen oder nur beschränkt unterbrochenen Herstellung von Zellulosefäden durch Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mittels zuckerhaltiger Natronlauge, dadurch gekennzeichnet, daß die der Fällflüssigkeit entstehenden Fäden auf eiserne Trommeln in üblicher Weise aufgenommen, dann mit warmem Wasser abgespritzt werden, bis sie eben klar hellgrün, aber noch nicht trübe türkisblau sind, dann von der nunmehr in warmes Wasser behufs leichter Abschwemmung der Fäden eintauchenden Walze abrollend über eine geheizte Fläche einer Zwirnspeule oder einer Spule oder einem Haspel zugeführt werden, wobei in ersterem Falle zweckmäßig noch ein passendes Netzen des von der Trockenvorrichtung kommenden Fadens mit Seifenwasser stattfindet.

2. Bei dem Verfahren nach Anspruch 1 die Entkupferung der kupferarmen Zellulosegebilde erst in Strangform in passender Weise.

349. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld, und Dr. E. Bronnert, Mülhausen-Dornach. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden oder Gebilde aus Kupferzelluloselösung.

D.R.P. 268 261 Kl. 29b vom 3. IX. 1912; franz. P. 454 811; brit. P. 4922¹⁹¹³; schweiz. P. 63 328; österr. P. 67 815; Ver. St. Amer. P. 1 106 077; belg. P. 254 219.

Es ist aus der Patentschrift 186 387¹⁾ bekannt, daß konzentrierte Natronlauge, besonders bei Erwärmung, auf Kupferzelluloseammoniaklösung als vorzügliches Fällmittel wirkt. Auch schwächere Natronlauge,

¹⁾ Siehe S. 318.

z. B. bis zu 5% NaOH herunter, wirkt noch als Fällmittel unter Bildung von Kupfernatriumzellulose. Die Raschheit der Fällung ist naturgemäß um so geringer, je niedriger der Alkaligehalt des Fällbades ist. Bei dem Spinnen von Fäden ist dies ein Nachteil, da der Faden nur viel langsamer als sonst abgezogen werden kann. Versucht man noch schwächeres Alkali zu verwenden, so tritt keine richtige Fällung mehr ein; man hat daher Natronlauge unter 5% benutzt, um Kupferzelluloselösung, die in dickem Strahl in solche Lauge eingepreßt wurde, unter Verwendung von geeigneten Transportvorrichtungen in ganz feine Fadengebilde aus-zuziehen, die dann mit stärkerer Lauge oder Säure behandelt werden mußten behufs Durchkoagulation und Härtung. Es ist dies das sog. Streckspinnverfahren. Andererseits ist bekannt, z. B. durch die französische Patentschrift 379 000¹⁾, daß ein Zusatz von leichtlöslichen Salzen zur Natronlauge gestattet, die Lauge entsprechend schwächer zu wählen.

Es hat sich nun gezeigt, daß man bei Verwendung von Natriumlaktat oder glykolsaurem Natrium, die beide außerordentlich leicht löslich sind, den Gehalt des Fällbades an Ätzalkali in ganz besonderem Maße verringern kann, ohne daß die Energie der Fällkraft des Bades herabgesetzt wird. Man erhält bei Verwendung des Bades bei erhöhter Temperatur und schon bei nur 2½% Ätznatrongehalt direkt so feste Fäden, daß sie mit derselben Geschwindigkeit aufgewickelt werden können, wie wenn es Fäden aus konzentrierter Natronlauge wären, was mit so schwacher Natronlauge allein gar nicht möglich ist.

Beispiel: In konzentrierter Lösung von 100 ccm milchsauerm Natrium werden 2,5 g Ätznatron gelöst, auf 50° erwärmt und die Kupferzelluloselösung durch Kapillaren von passender Weite (z. B. 0,16 bis 0,22 mm) und Länge in dieses Bad gepreßt. Die austretenden Fäden werden von Spulen aufgenommen. Beim folgenden Waschen mit Wasser behufs Entfernung der Natronlauge findet man, daß die Fäden nicht türkisblau werden von auf den Fäden sich ausscheidendem Kupferhydroxyd wie bei Verwendung von Lauge allein oder von Lauge mit Kochsalz, sondern sie werden klar grünblau, wie wenn konzentrierte Natronlauge und Zucker verwendet worden wäre wie bei dem Verfahren der Patentschrift 208 472²⁾. Diese besondere Wirkung des milchsaueren Natrons erklärt sich daraus, daß die Milchsäure gleich dem Zucker und dem Glyzerin, wohl vermöge der in ihr enthaltenen alkoholischen Oxygruppe, imstande ist, das Kupfer zum Teil von der Faser wegzulösen und ins Waschwasser zu führen, zum Teil das verbleibende in fester Lösung im Faden erhält, die klar ist. Es erklärt sich daraus, daß auch andere Salze von Oxy Säuren, wie Glykolsäure, Weinsäure oder Zitronensäure, mit gleichem Erfolge in Form von konzentrierter Lösung unter Zusatz von einigen wenigen Prozenten Ätznatron verwendet werden können.

Mit Hilfe dieses Verfahrens sind klare kupferarme grüne Fäden oder Gebilde erhältlich. Nach der Entkupferung, z. B. mit Säure, sind diese Produkte hochglänzend und von großer Festigkeit und Elastizität. Die Verwendung der oxysauren Salze schließt natürlich die Mitverwendung

¹⁾ Siehe S. 327. — ²⁾ Siehe S. 320.

von Stoffen, wie Zucker u. dgl., nicht aus. Die oxysauren Salze können außerdem noch oder auch ausschließlich der Spinnlösung einverleibt werden. Man kann auch die Lösung so herstellen, daß Kupferlaktat oder -glykolat usw. in Ammoniak gelöst und dann eine äquivalente Menge Ätzalkali zugegeben wird, dann wird die Zellulose eingebracht.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden oder Gebilde aus Kupferzelluloselösung, darin bestehend, daß eine so schwache Natronlauge, z. B. von $2\frac{1}{2}\%$, verwendet wird, daß sie allein keine genügende Koagulation mehr bewirkt, daß aber die Koagulation des Fadens durch Mitbenutzung von warmen konzentrierten Lösungen von Salzen von Oxy Säuren unterstützt wird.

Nach Müller.

350. C. F. Müller. Verfahren zur Herstellung glänzender Zelluloseprodukte.

Franz. P. 373 429.

Das Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mit Ätzalkali- oder Sodalösung ist kostspielig. Auf billigerem Wege erhält man gleichwertige Fäden, wenn man als Fällflüssigkeit ein Gemisch von Kalkmilch und Natronlauge nimmt. Auch analoge Stoffe können verwendet werden. Vorteilhaft ist die Anwesenheit von Natriumkarbonat in der Zelluloselösung. Je nach der Konzentration des Fällbades findet die Koagulierung schnell oder langsam statt. In schwachen Bädern kann man die Fäden feiner ausziehen, stärkere Fäden fällt man mit konzentriertem Fällbade, in dem man die Fäden noch einige Zeit läßt. Dann wäscht man sie mit Wasser, Säure und wieder mit Wasser und trocknet unter Vermeidung von Formveränderung.

Nach Société dite „La soie artificielle“.

351. Société dite „La soie artificielle“. Verfahren zur Herstellung von Zelluloseprodukten, -fäden, -häutchen usw. mittels Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak.

Franz. P. 379 000.

Es werden ätzalkalische Fällbäder von 40—60° C angewendet, denen lösliche Salze, z. B. Kochsalz, zugesetzt sein können. Bei dieser Temperatur wird das Ammoniak energischer ausgetrieben, es bleibt infolgedessen auch weniger Kupfer gelöst, und man hat keine so stark gefärbten Bäder. Der Gehalt der Bäder an Ätzalkali kann 10% betragen, der Salzzusatz dient zur Erhöhung der Dichte des Bades und zur leichteren Abscheidung des Kupfers. Die warm gefällten Fäden geben beim Färben tiefere Töne als die kalt gefällten.

Nach Cuntz.

352. L. Cuntz. Verfahren zur Herstellung von Zellulosegebilden durch direkte Fällung mit Salzlösungen.

Franz. P. 383 413.

Das Verfahren bezieht sich auf das Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen mittels Lösungen von Alkali- oder Erdalkalimetall.

chloriden, die mit den Hydroxyden dieser Metalle versetzt sind. Die Fällbäder bestehen z. B. aus 30 kg Kochsalz, 100 l Wasser und 3 kg Ätznatron oder aus 100 l Wasser, 6 kg kalzinierter Soda, 3 kg Ätzkalk, die man zusammen kocht, dazu gibt man 30 kg Chlorkalzium und verwendet das Bad nach völligem Klären. Die Fällbäder werden warm oder kalt angewendet. Die Fäden werden vollkommen von Ammoniak und Salzen befreit und zur Erzielung von Glanz unter Spannung getrocknet.

Nach Lecoeur.

353. A. Lecoeur. Verfahren zur Herstellung von Grègeidenfäden.

Franz. P. 392 869; brit. P. 21 191¹⁹⁰⁸ (Soc. anon. Le Crinoid).

Um Fäden von 30, 25 und 20 Deniers zu erzielen, wird eine ammoniakalische Kupferoxydhydratlösung verwendet, die alles Kupfer als aktives Kupfer¹⁾ enthält und hinreichend flüssige Zelluloselösungen gibt, welche unter schwachem Druck von etwa 1 kg und nicht über 1,5 kg auf den Quadratcentimeter versponnen werden können. Als Fällbad dient ein Gemisch gleicher Teile Ätznatronlösung von 44–49% und von Sodalösung mit 23–28% wasserfreiem Natriumkarbonat bei einer Temperatur von 27–35° C. Der Faden wird auf eine Spule aufgewickelt, die in ein zweites Bad taucht, das ein Gemisch bei 25° C konzentrierter Natriumkarbonatlösung und 18–20% iger Natronlauge enthält. Danach wird der Faden in einem sehr verdünnten Bade von Natriumbisulfat, das 1–2% freie Säure enthält, von Ammoniak und Kupfer befreit, gewaschen, geseift und unter Spannung getrocknet.

Nach dem

354. Franz. P. 9752, Zus. z. franz. P. 392 869

wird die Spule in dem zweiten Fällbade $\frac{1}{2}$ Stunde und mehr gelassen; erst dann wird sie herausgenommen und in einem sehr verdünnten Natriumbisulfatbade gewaschen.

Nach Dreaper.

355. W. P. Dreaper, Felixstowe. Verbesserungen in der Herstellung künstlicher Fäden u. dgl. aus Zellulose.

Brit. P. 20 316¹⁹⁰⁸.

Die als Zusätze zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen bekannten Alkohole (außer Äthylalkohol), Ketone, Aldehyde, Glycerin und anderen Stoffe, die, wie z. B. Zucker, die Viskosität der Lösung erhöhen, werden vorteilhaft auch bei Fällbädern angewendet, die Ätzalkalien oder Natriumbisulfat enthalten. Eine 10–20% Zellulose enthaltende Lösung von Kupferkarbonat in Ammoniak oder von Chlorzink wird z. B. mit einer Lösung gefällt, die 10% Glykose und 10% Ätznatron enthält. Das Fällbad wird bei 70° C und höherer Temperatur angewendet, auch kann die Temperatur des Bades an einzelnen Stellen erhöht werden. Die höhere Temperatur des Bades erleichtert die Wiedergewinnung des Ammoniaks unter vermindertem Druck.

¹⁾ Dieser Ausdruck ist in der Patentschrift nicht näher erläutert.

Nach Société anonyme „Le Crinoid“.

356. Société anonyme Le Crinoid, Rouen. Verbesserung an alkalischen Fällbädern für Zellulosefäden.
Brit. P. 22 413¹⁹⁰⁹; franz. P. 410 827; Ver. St. Amer. P. 980 294 (auch A. Lecoer und P. Rudolf).

Läßt man Kupferoxydammoniakzelluloselösungen aus Spinnöffnungen in alkalische Fällbäder treten, so färben sich die Bäder allmählich durch Kupfersalz blau. Nach kurzer Zeit ist das Bad so gefärbt, daß die blauen Fäden nicht mehr erkannt werden können und es für den überwachenden Arbeiter schwer wird, Fadenbruch festzustellen. Er ist dann gezwungen, das Bad, noch ehe es erschöpft ist, durch ein frisches zu ersetzen. Zur Behebung dieser Schwierigkeit hat man bereits dem alkalischen Fällbad Glykose, Saccharose oder analoge Stoffe zugesetzt, die bei höherer Temperatur das blaue Kupfersalz zu metallischem Kupfer oder rotem Kupferoxydul reduzieren und so einen rötlichbraunen Niederschlag bilden, von dem sich die blauen Fäden leicht abheben. Wirtschaftlicher und bei niedrigerer Temperatur läßt sich nun diese Reduktion durch eine verdünnte Formaldehydlösung erreichen, von der bereits eine sehr kleine Menge bei verhältnismäßig niedriger Temperatur das in dem alkalischen Bade gelöste Kupfersalz vollkommen reduziert, während ein Überschuß an Formaldehyd den Faden fester macht, als es alkalische Glykosebäder tun. In einem alkalischen Fällbad aus Ätznatron und Natriumkarbonat von etwa 40 °C genügen 1,5% der 40% igen Formaldehydlösung zur sofortigen Reduktion des gelösten Kupfersalzes. 5% Formaldehydlösung verbessern die Koagulierung des Fadens wesentlich, und nach dem Waschen und Trocknen ist der Faden zugfester und weniger empfindlich gegen Feuchtigkeit als ein ohne Formaldehyd hergestellter Faden.

Nach Friedrich.

357. Ph. Friedrich, Charlottenburg. Verfahren zur Herstellung von Zellulosegebilden mittels Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 206 883 Kl. 29 b vom 27. VIII. 1907 (gelöscht); österr. P. 38 809; schweiz. P. 40 972; brit. P. 17 967¹⁹⁰⁸; Ver. St. Amer. P. 962 769 (R. Linkmeyer).

Es ist bekannt, aus Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak seidenglänzende Fadengebilde unmittelbar zur Abscheidung zu bringen, indem man die Lösungen durch Kapillaren in Ätzkalkilauge eintreten läßt. Dabei wird zumeist konzentrierte und erwärmte Natronlauge angewandt, weil verdünnte Lauge zu langsam wirkt und, falls sie weniger als 5% Ätzkali enthält, haltbare und praktisch verwertbare Gebilde, z. B. glänzende Fäden, überhaupt nicht mehr liefert. Ferner ist es nicht neu, Lösungen neutral oder alkalisch reagierender Salze, wie Chlor-natrium oder Natriumkarbonat, als Koagulierungsmittel bei der Herstellung von Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen zu verwenden. Aber auch diese wirken nur langsam fällend und sind deshalb nur unter besonderen Bedingungen brauchbar.

Demgegenüber wurde nun gefunden, daß wäßrige Lösungen der Alkalichloride die in Betracht kommenden Zelluloselösungen schnell

koagulieren, wenn man ihnen Alkalihydroxyd zusetzt, wovon in der Regel schon geringe Mengen genügen. Die mittels derartiger Lösungen hergestellten Zellulosegebilde besitzen ohne weiteres ausgezeichnete Elastizität und bereits vor dem Trocknen hohe Festigkeit, sie sind außerdem glasartig durchsichtig und von hohem Glanz. Dieses Ergebnis ist um so überraschender, als z. B. mittels Chlornatriumlösungen gleicher Konzentration allein zunächst nur milchig getrübt und wenig widerstandsfähige Produkte erhalten werden und andererseits verdünnte Alkalilaugen für sich kaum fällend wirken. Versetzt man aber Kochsalzlösung auch nur mit 1% Ätzalkali, so wird ihre Koagulierungsfähigkeit so erhöht, daß beim Verspinnen der Zelluloselösungen die Fäden mit ziemlicher Geschwindigkeit abgezogen werden können.

Eine in üblicher Weise hergestellte Kupferoxydammoniakzelluloselösung von 6% Zellulosegehalt wird durch eine geeignete Vorrichtung in feinem Strahle in das Fällbad eingeführt. Man kann dabei z. B. in der Weise verfahren, daß man die unter Druck stehende Lösung aus einer Kapillare, die sich ein wenig über dem Flüssigkeitsspiegel des Fällbades befindet, in die Fällflüssigkeit eintreten läßt. Die Lösung legt dabei einen kurzen Weg von der Spitze der Kapillare bis zum Fällbad durch die Luft zurück, wodurch besonders bei zähen Lösungen Fadenbrüche fast vollständig vermieden werden. Das Fällbad selbst kann aus 100 l Wasser, 25 kg Chlornatrium und 4,5 kg Natriumhydrat hergestellt sein. Es wird zweckmäßig erwärmt. Der Zellulosestrahl beginnt nach seinem Eintritt in das Bad sofort zu erstarren. Dabei koagulieren dünne Fäden wie künstliche Seide sofort vollständig, dickere benötigen eine ihrem Durchmesser entsprechende längere Einwirkung; doch kann man in allen Fällen mit großer Abzugsgeschwindigkeit arbeiten. Die Fäden können sofort aufgewickelt, gewaschen, gesäuert, nochmals gewaschen und dann getrocknet werden. Sie können außerdem schon vor dem ersten Trocknen gefärbt und gebleicht werden, ohne daß ihr Wert beeinträchtigt wird. Um ihnen möglichst hohen Seidenglanz zu verleihen, muß man, wie immer in ähnlichen Fällen, dafür Sorge tragen, daß mindestens ihre ursprüngliche Länge bis nach dem ersten Trocknen erhalten bleibt. Das Verfahren bietet wesentliche technische Vorteile gegenüber den bekannten Ätzalkaliverfahren, denn die gewonnenen Produkte sind von besonderem Wert; außerdem sind schwach alkalische Salzlösungen erheblich bequemer zu handhaben als starke Ätzlaugen, vor denen sie sich außerdem durch ihren niedrigen Preis auszeichnen.

Patentspruch: Verfahren zur Herstellung von Zellulosegebilden mittels Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß diese Lösungen nach entsprechender Formung in mit Ätzalkalien versetzten Alkalichloridbädern koaguliert werden, worauf sie in üblicher Weise gewaschen und nach eventuellem vorherigen Bleichen und Färben unter Spannung getrocknet werden.

Das österr. P. erwähnt auch ätzalkalische Erdalkalichloridbäder und als Mittel zum Alkalischemachen auch die Hydroxyde von Lithium, Rubidium und Caesium.

Nach Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Hanau.

358. Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H., Hanau. Verfahren zur Herstellung von Zelluloseprodukten aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose.

D.R.P. 187 696 Kl. 29b vom 3. V. 1906 (gelöscht); franz. P. 377 325; brit. P. 10 165¹⁹⁰⁷; Ver. St. Amer. P. 839 825 (E. Eck und E. Bechtel).

Das Verfahren bezweckt die Nutzbarmachung der bekannten Eigenschaft der Zellulose, sich in Kupferammoniaklösung zu lösen und nach dem Koagulieren feste, mehr oder weniger haltbare Produkte zu liefern. Bisher hat man diese Eigenschaft meistens dazu verwendet, um aus einer solchen Zelluloselösung Fäden darzustellen, die je nach ihrem Verwendungszweck mehr oder weniger fein waren; nach dem vorliegenden Verfahren sollen aber nicht allein Fäden, sondern auch noch andere Gegenstände, wie Stäbe, Stangen, Bänder oder Platten, aus dieser Lösung hergestellt werden, die als Ersatz für Zelluloid u. dgl. dienen können. Das Verfahren beruht auf der Beobachtung, daß Zelluloseprodukte, seien es Fäden oder andere Gegenstände, sich wesentlich mehr auf Zug und sonstige äußere Einwirkungen beanspruchen lassen, wenn man im Gegensatz zu allen bisherigen Verfahren den sich bildenden Faden od. dgl. in der koagulierenden Flüssigkeit nur solange beläßt, als nötig ist, um der durch die Strangpresse ausgetretenen Lösung die ihr gegebene Form äußerlich zu erhalten, im übrigen aber die Koagulation in der freien Luft vor sich gehen läßt.

Das Verfahren besteht demgemäß in folgendem: Man läßt die in der Gestalt eines Fadens od. dgl. austretende Zelluloselösung in eine Alkalilauge von etwa 30° Bé fließen, mit der wichtigen Maßgabe, daß diese Lauge auf einer Temperatur von etwa 40° C gehalten wird. Durch Einleiten in diese Lauge bildet sich auf dem ausgetretenen Zellulosestrang eine Haut, die aber nur so stark sein soll, um gerade zu verhindern, daß das Gebilde seine Form verliert. Die Erwärmung der Lauge ist deshalb notwendig, weil sie der Haut eine gewisse Geschmeidigkeit erteilt, die durch kalte Lauge nicht erzielt werden kann. Diese würde vielmehr die Haut spröde machen und zu Sprüngen Veranlassung geben, durch die der noch flüssige Inhalt des Gebildes ausfließen würde. Man spült das Gebilde mit flüssiger Seele auf, wenn dies seine Natur zuläßt; dickere Stäbe, Bänder u. dgl. läßt man auf Tafeln (die vorteilhaft aus Glas sind) aufgleiten und überläßt sie dann mindestens 1 Stunde sich selbst, wobei an der Luft zuletzt auch die flüssige Seele in feste Form übergeht. Bei dem Durchgang durch die Natronlauge wird zwar die innige Verbindung zwischen der Zellulose und dem sie lösenden Kupferoxydammoniak gelockert, jedoch nicht so weit, daß eine wesentliche Scheidung stattfindet. Diese darf auch nicht eintreten, da die Gegenwart des Kupferoxydammoniaks die selbsttätige, durch ein äußeres Bad nicht beeinflusste Koagulation der Zellulose wesentlich unterstützt. Das feste Gebilde wird hierauf von der Spule oder der Tafel abgenommen und ungefähr $\frac{1}{4}$ Stunde nochmals in Natronlauge gebracht, in der es den bei der Koagulation an der Luft etwas verloren gegangenen Glanz wiedererhält. Das aus der Lauge herausgenommene, noch vollständig

blau gefärbte Gebilde wird endlich in angesäuertes Wasser gebracht und nach einem Aufenthalt von etwa 10 Minuten vollständig entfärbt. Kommt es aus dem angesäuerten Wasser heraus, so hat es ein glänzendes, glashelles Aussehen. Nach diesem Verfahren gewonnene Fäden u. dgl. weisen zudem eine wesentlich höhere Festigkeit auf als die nach den bisherigen Verfahren hergestellten Fäden.

Durch das beschriebene Verfahren wird der wesentliche Vorteil erzielt, daß die Wanne, in der das Gebilde durch die Lauge gezogen wird, nur sehr kurz zu sein braucht, so daß wesentlich an Lauge und auch an Raum gespart wird; auch ist der sich bildende Faden nur eine geringe Strecke weit dem Zug der Spule ausgesetzt, so daß die Gefahr eines Brechens und einer hierdurch bewirkten Betriebsstörung wesentlich verringert wird. Außerdem wird der Faden dadurch, daß er ohne weitere Hilfsmittel seinem natürlichen Koagulationsbestreben überlassen wird, fester, verliert während des Koagulierens an der Luft viel von dem ihm innewohnenden Wasser und trocknet später um so leichter.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zelluloseprodukten aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Zelluloselösung in erwärmte Natronlauge leitet, das entstandene Gebilde sofort nach der Entstehung einer das noch flüssig gebliebene Innere einhüllenden Haut aus dem Bad entfernt und es längere Zeit an der Luft sich selbst überläßt, bis es durchaus fest geworden ist, worauf man es zum Zwecke der Wiederherstellung des bei der Koagulation an der Luft teilweise verloren gegangenen Glanzes in an sich bekannter Weise in ein Bad von Natronlauge bringt und es schließlich zwecks Entfärbung der ebenfalls an sich bekannten Einwirkung von gesäuertem Wasser aussetzt.

359. Hanauer Kunstseidefabrik Akt.-Ges., Groß-Auheim b. Hanau a. M. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seidenfäden aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose unter Verwendung von Ätzalkalilauge als Fällmittel.

D.R.P. 255 549 Kl. 29b vom 14. X. 1911 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 1 066 785 (Bechtel).

Es ist allgemeine Überzeugung in der Fachwelt, daß man einwandfreie künstliche Seidenfäden in marktfähiger Ware aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose mit Hilfe von Alkalilauge als Fällflüssigkeit nur dann gewinnen kann, wenn man die letztere erwärmt. Dieser Ansicht entgegen hat sich nun ergeben, daß es zur Erzielung einwandfreier feinsten Seidenfäden nicht nötig ist, die Alkalilauge zu erwärmen, wenn man die zu verspinnende Kupferoxydammoniakzelluloselösung, ehe sie in das Fällbad eintritt, erwärmt und in diesem erwärmten Zustande die Koagulation vollzieht. Diese Erkenntnis findet darin ihre Begründung, daß es beim einwandfreien Fällen der Zelluloselösungen mit Alkalilauge wesentlich und allein darauf ankommt, daß das in der Lösung enthaltene Ammoniak so gelockert wird, daß es leicht aus der Lösung entweichen kann, einerlei, ob diese Lösung in warme oder kalte Natronlauge austritt. Dieses Ergebnis wird, wie bemerkt, bei Benutzung von warmer Lauge teilweise auch erreicht, denn auch diese lockert die Verbindung

der Lösung mit dem Ammoniak. Das Erwärmen der Kupferoxydammoniakzellulose vor dem Eintreten in die Lauge, die dann, wie ausgeführt, auch kalt sein kann, hat vor der Verwendung warmer Lauge den großen Vorteil, daß die Erwärmung auf die einfachste Art und Weise bewirkt werden kann, was bei den weit größeren Mengen Fällflüssigkeiten niemals so gleichmäßig durchgeführt werden kann, wie es ein gleichmäßiges einwandfreies Endprodukt erfordert. Man braucht zum Zwecke der Erwärmung nur die Lösung, ehe sie in das Fällbad eintritt, an einer konstanten Wärmeleitung vorbeizuführen, wobei das Wärmemittel Dampf, erwärmte Luft oder sonst eine regulierte Wärmequelle sein kann. Noch bessere Ergebnisse erzielt man, wenn man die Lösung vorher erwärmt und dann auch noch in erwärmte Natronlauge eintreten läßt, denn es ist klar, daß alsdann die Dissoziation der Lösung noch viel schneller erfolgt und man infolgedessen die Abzugsgeschwindigkeit des gesponnenen Fadens wesentlich erhöhen kann. Wendet man diese doppelte Erwärmung an, so läßt sich die Abzugsgeschwindigkeit bis zu 70–80 m in der Minute steigern. Die Erfindung bezieht sich auf die in üblicher Weise hergestellte Kupferoxydammoniakzellulose.

Patentspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Seidenfäden aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose unter Verwendung von Ätzalkalilauge als Fällmittel, dadurch gekennzeichnet, daß man die Zellulose vor ihrem Eintritt in das erwärmte oder nicht erwärmte Fällbad selbst vorwärmt.

Nach Hömberg.

360. Dr. R. Hömberg, Charlottenburg. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden und anderen Gebilden aus Kupferoxydammoniakzellulose durch Fällen mit Ätzalkalilauge.

D.R.P. 235 366 Kl. 29 b vom 23. VII. 1910 (gelöscht).

Ein bekanntes Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden besteht darin, daß man Kupferammoniakzellulose durch feine Kapillaren in kalte oder warme Natronlauge preßt.

Es hat sich nun gezeigt, daß man besonders wertvolle Produkte dann erhält, wenn man der ätzalkalischen Fällflüssigkeit noch Kolloide hinzufügt, die durch die Fällflüssigkeit selbst nicht gefällt werden. Solche Kolloide sind z. B. Albumine, Eiweißstoffe, Leim u. dgl., die zweckmäßig durch Behandlung mit Fermenten derart abgebaut sind, daß durch die Fällflüssigkeiten keine oder nur teilweise Fällung erfolgt. Es wird z. B. eine 10–20% ige Lösung von Kasein mit Bauchspeicheldrüse in bekannter Weise so weit abgebaut, bis sie mit der Fällflüssigkeit nicht oder nur teilweise niedergeschlagen wird. Die Fällflüssigkeit wird nun derart zusammengesetzt, daß sie z. B. aus gleichen Teilen einer konzentrierten Natronlauge (39–40° Bé) und einer 10–20% igen Kaseinlösung besteht. In diese Fällflüssigkeit, die am besten auf 50–60° C erwärmt ist, wird Kupferhydratammoniakzellulose durch Kapillaren wie üblich eingepreßt, und die entstandenen Fäden werden dann wie üblich weiterbehandelt. Hervorgehoben sei, daß die Zusatzmittel zur Fällauge,

z. B. das abgebaute Kasein, selbst Fällmittel sind. Gibt man in eine Lösung von solchem Kasein Kupferoxydammoniakzelluloselösung, so entsteht sofort eine dicke Ausscheidung, die sich bei der in der Kunstseidefabrikation üblichen Weiterbehandlung, wie Spülen und Säuern, in Zellulosehydrat umsetzt. Durch die Eigenschaft der Kolloide selbst, als Fällmittel zu wirken, ist man in den Stand gesetzt, die übliche Dichte der Natronlauge wesentlich zu verringern. Die nach dem Verfahren hergestellte Kunstseide zeichnet sich durch besonders weichen Griff gegenüber der bisher hergestellten aus.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden und anderen Gebilden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung durch Fällen mit Ätzalkalilauge, dadurch gekennzeichnet, daß man der Fällflüssigkeit Kolloide, wie Albumine, Eiweißstoffe, Leim u. dgl., hinzufügt, die zweckmäßig noch mit Fermenten, z. B. Bauchspeicheldrüse, abgebaut sind.

Nach Eck.

361. Th. Eck, Lodz. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Filmen usw. mit erhöhter Festigkeit in trockenem und besonders in nassem Zustande.

D.R.P. 236 297 Kl. 29 b vom 17. VII. 1909 (gelöscht).

Bekanntlich ist das Verwendungsgebiet der zur Zeit hergestellten künstlichen Seide beschränkt infolge ihrer geringen Festigkeit in trockenem, besonders aber in nassem Zustande. Namentlich für Webstoffe ist sie dadurch ungeeignet. Die Ursache der geringen Festigkeit des künstlichen Fadens namentlich in angefeuchtetem Zustande ist darin zu suchen, daß die Zellulose aus ihren wäßrigen Lösungen durch die üblichen Fällungsmittel als Zellulosehydrat gefällt wird, welches in Wasser stark aufquillt.

Nach vorliegendem Verfahren läßt sich nun ein künstlicher Faden herstellen, welcher in nassem und trockenem Zustande bedeutend höhere Festigkeit besitzt als die nach bekannten Verfahren hergestellten. Es hat sich erwiesen, daß es möglich ist, dem Zellulosehydrat gleich bei der Koagulation das Hydratwasser zu entziehen, wenn man als Fällungsbad Natron- oder Kalilauge in gewisser Stärke anwendet und dieser wasserentziehende Mittel zusetzt. Man erzielt damit nicht nur höhere Festigkeit, sondern auch höheren Glanz und bessere Gleichmäßigkeit des Fadens als mit Natronlauge allein als Koagulationsbad. Es hat sich erwiesen, daß nur Methylalkohol bei Gegenwart von Natronhydrat imstande ist, dem Zellulosehydrat das Hydratwasser zu entziehen, und zwar in einer Mischung von 10 Teilen Natronlauge 30–40° Bé und $1\frac{1}{2}$ –2 Teilen Methylalkohol 99%; zur Erhöhung des Glanzes genügen schon 5% Methylalkohol zur Lauge. Äthylalkohol allein in Gegenwart von Alkalilauge übt auf den Faden gar keine Wirkung aus. Es hängt dies mit der geringen Löslichkeit des Äthylalkohols in starken Laugen zusammen. In Mischung mit Methylalkohol ist Äthylalkohol in starker Natronlauge löslich, doch bleibt seine Wirkung auf den koagulierenden Faden dem Methylalkohol gegenüber zurück. Als wasserentziehendes

Mittel hat sich weiter noch Formaldehyd in Mischung mit Natronlauge erwiesen. Die Koagulation erfolgt schon bei gewöhnlicher Temperatur sehr gut, was bei Koagulation mit reiner Lauge nicht der Fall ist; die Temperatur kann aber bis auf 45° C erhöht werden. Nach Behandlung der gesponnenen Fäden mit Schwefelsäure zur Entfernung des Kupfers und der Lauge und nachträglichem Waschen wird der Faden getrocknet. Der Faden wird dann wie üblich weiterbehandelt. Bei Herstellung starker dicker Fäden (künstliches Roßhaar) kann die Elastizität und Festigkeit noch erhöht werden, wenn man den von Kupfer befreiten und gewaschenen Faden noch in 20—40° Bé starke Natronlauge taucht, welche mit Kochsalz oder anderen Salzen gesättigt ist. Durch Säuern und Waschen wird die Lauge entfernt und der Faden, wie oben angegeben, weiterbehandelt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Filmen usw. mit erhöhter Festigkeit in trockenem und besonders in nassem Zustande, dadurch gekennzeichnet, daß man Kupferoxydammoniakzelluloselösung oder eine solche Lösung mit Kupferoxydulgehalt aus geeigneten Öffnungen in Natron- oder Kalilauge einspritzt, der man Methylalkohol oder ein Gemisch von Methylalkohol mit Äthylalkohol oder Formaldehyd zugesetzt hat, wonach man die Fäden nach dem Säuern und Waschen unter Umständen nochmals einer Behandlung mit konzentrierter Natronlauge, welche mit Kochsalz oder anderen Salzen gesättigt ist, unterwirft.

Nach Compagnie Française des Applications de la Cellulose.

362. Compagnie Française des Applications de la Cellulose. Verfahren zur Herstellung glänzender Zelluloseprodukte.

Franz. P. 422 565; brit. P. 27 878¹⁹¹⁰.

Als Fällbad für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen dient ein Gemisch von Erdalkalisaccharat und Natronlauge, z. B. 100 Teile 30% iger Natronlauge und 10 Teile Kalziumsaccharat von 100% bei 50—60°. Temperatur und Stärke der Lösung können je nach der Zusammensetzung der zu fällenden Lösung schwanken.

363. Compagnie Française des Applications de la Cellulose, Paris. Verfahren zum Fällern von Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak mittels Ätzalkalien.

D.R.P. 252 180 Kl. 29b vom 25. V. 1911 (gelöscht); österr. P. 54 428; franz. P. 440 776; brit. P. 11 714¹⁹¹¹; Ver. St. Amer. P. 1 027 689 (auch A. Chaumat).

Das Verfahren stützt sich auf die Eigenschaft gewisser löslicher arsenigsaurer Salze, Fällungsprodukte zu liefern, die den ganzen in der Zelluloselösung enthaltenen Kupfergehalt besitzen; diese Eigenschaft ist äußerst vorteilhaft. Die beiden hauptsächlichen Fällverfahren für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen sind die saure und die alkalische Fällung. Bei der Fällung der Zelluloselösungen durch Säuren erhält man direkt aus Zellulose oder Hydrozellulose bestehende Produkte, während der ganze Kupfer- und Ammoniakgehalt der Zelluloselösung vom Fällmittel als Kupfer- und Ammoniaksalz aufgenommen

werden. Im Gegensatz hierzu wird beim Fällen mit Ätzalkalilauge die Zellulose nicht als Zellulose, sondern als Verbindung mit Kupfer aus-
geschieden. Es folgt aber daraus nicht, daß alles Kupfer der Zellulose-
lösung sich in dem ausgefällten Faden vorfindet; es geht vielmehr ein
Teil des Kupfers und Ammoniaks der Zelluloselösung in das Fällmittel,
das sich bei der Berührung mit der Zelluloselösung blau färbt. Die
kupferhaltigen Produkte, die durch Fällung mittels Ätzalkalilaugen er-
halten werden, enthalten somit nur einen Teil des Kupfers der Zellulose-
lösung.

Es wurde nun gefunden, daß die arsenigsauren Salze eine gewisse
Koagulierungsfähigkeit besitzen, und daß sie die Eigenschaft haben, die
ganze Kupfermenge der Zelluloselösung im Faden niederzuschlagen,
ohne daß dieser seine Klarheit oder Durchsichtigkeit verliert. Die durch
Fällung der Zelluloselösung durch nur aus arsenigsauren Salzen oder
arseniger Säure gebildete Bäder erhaltenen Produkte sind nicht von
guter Beschaffenheit. Die besten Ergebnisse werden erhalten, wenn
man mit Ätzalkalilaugen und löslichen arsenigsauren Salzen arbeitet.
Man erhält dann kupferhaltige Produkte, die den ganzen Kupfergehalt
der Zelluloselösung haben, und die nach der Entfernung des Alkalis
und Ammoniaks getrocknet werden können. Der Zusatz von arsenig-
sauren Salzen zu den Laugen macht sich darin bemerkbar, daß die
erhaltenen Fäden nach der Entkupferung durch Säure sich durch große
Weichheit und Elastizität auszeichnen.

Die technischen Vorteile des neuen Fällungsbades sind aber nicht
vollständig aufgezählt. Da keine Spur von Kupfer im Fällungsbade
verbleibt und man auch nach längerem Gebrauch nicht den geringsten
Niederschlag und nicht die geringste Verfärbung bemerkt, so bleibt es
immer rein und für das Fällen bereit, ohne durch chemische oder physi-
kalische Behandlung regeneriert werden zu müssen. Infolge Nichtein-
tretens eines Niederschlages oder einer Verfärbung des Bades ist die
Fadenbildung ohne Schwierigkeit zu überwachen, was nicht nur wegen
Behandlung der Faser während des Spinnens, sondern insbesondere für
die Herstellung von künstlichen Geweben auf gravierten Zylindern¹⁾
sehr wichtig ist, in welchem Falle man mit unreinen oder gefärbten
Koagulationsbädern schwerer arbeiten kann als mit farblosen Bädern.
Man erreicht auch eine große Vereinfachung in der Wiedergewinnung
des verwendeten Kupfers, welches in diesem Falle in einer einzigen Form
erhalten wird, indem man die von der Entkupferung der kupferhaltigen
Gebilde herstammenden sauren Bäder aufarbeitet.

Beispiel: Eine Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak,
die 6% Zellulose und 6–7% Ammoniak enthält, wird durch feine
Öffnungen in ein Fällbad gepreßt, das beispielsweise aus 30% iger Natron-
lauge hergestellt ist, der auf das Liter 10 g weißer, im Handel erhält-
licher arseniger Säure, die sich darin sehr leicht auflöst, zugesetzt sind.
Diese Mengen sind veränderbar. Nun wird das Koagulationsbad auf
60–65° erhitzt, wobei man feststellen kann, daß selbst nach 1 Monat
ununterbrochener Behandlung das Bad vollständig klar, ungefärbt und

¹⁾ Siehe S. 1018 u. ff.

kupferfrei bleibt und auch kein kupferhaltiger Niederschlag gebildet wird. Der gefällte kupferhaltige Faden wird beispielsweise auf Rollen aufgewickelt. In diesem Zustande unterscheidet er sich von dem mit Alkali allein gefällten nur durch seine volle und kräftig blaue Farbe. Mit Wasser von überschüssigem Alkali befreit, gibt er leicht das Kupfer in 5%iger Schwefelsäure ab, ohne einen Niederschlag von Kupfer und Arsen enthaltenden Produkten zu erzeugen, wobei ein gegen Wasser widerstandsfähiger und vollständig durchsichtiger Faden erhalten wird. Nach dem Trocknen und Spannen zeigt dieser Faden ein glänzendes Aussehen, eine besondere Weichheit und Elastizität.

Patentanspruch: Verfahren zum Fällen von Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak mittels Ätzalkalien, dadurch gekennzeichnet, daß man den alkalischen Fällbädern lösliche arsenigsaure Salze zusetzt.

Nach Pawlikowski.

364. R. Pawlikowski, Görlitz. Verfahren zum Fällen von Gebilden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 248 172 Kl. 29b vom 2. X. 1910 (gelöscht); österr. P. 54 277 (Kosmos G. m. b. H. und Pawlikowski); franz. P. 431 074.

Wenn man bei den bekannten alkalischen Fällbädern (z. B. konzentrierter oder verdünnter Natronlauge, Soda- oder Kochsalzlösung mit Natronlauge usw.) die künstlichen Fäden entkupfern will, müssen sie vorher fast gänzlich von den Fällbadalkalien befreit werden, weil sonst die das in der Kunstseide enthaltene Kupfer auflösende Säure auch die zurückgebliebenen Alkalien innerhalb des Fadens neutralisiert. Hierdurch wird aber die Fadenfestigkeit stark beeinträchtigt. Es ist also notwendig, die Kunstseide nach dem Fällbad lange und ausgiebig mit viel Wasser zu behandeln. In bekannter Weise kann man dieses zeitraubende und viel Wasser erfordernde Auswaschen durch Zusatz von Magnesium- oder Aluminiumsulfat abkürzen¹⁾.

Es wurde nun gefunden, daß bei Verwendung einer wäßrigen Lösung von Alkalialuminat als Fällflüssigkeit nur ein verhältnismäßig sehr kurzes Abspülen der Kunstseide mit wenig Wasser erforderlich wird, bis man sie zum Entkupfern mit Säure behandeln darf. Der große Waschwasserbedarf und andererseits das vorherige Waschen mit Magnesiumsulfat werden also entbehrlich. Dadurch wird aber das Transportieren der im Fabrikbetriebe sehr zahlreichen Kunstseidewalzen, deren 12 000 Stück für eine tägliche Erzeugung von etwa 300 kg fertiger Kunstseide, d. h. der Produktion einer mittleren Fabrik entsprechen, zu den Magnesium- oder Aluminiumsulfatbehältern und für das nachherige Abspülen mit Wasser vor dem Entkupfern zu den Spülwassergefäßen erspart. Die erzielte Verminderung an Behandlungszeit, Löhnen und beim Transport unvermeidlichem Ausschuß von Seide und verletzten Walzen macht das Verfahren für den Betrieb wertvoll. Die Alkalialuminatlösung wird vorteilhaft beim Spinnen erhitzt. Da Alkalialuminat indes leicht aus der Luft Kohlensäure aufnimmt, empfiehlt es

¹⁾ Siehe S. 321.

sich, diese Lösung mit freiem Alkalihydroxyd zur Vermeidung von teilweiser Zersetzung zu mischen, wodurch gleichzeitig die Fällkraft des Bades zunimmt und bei niedrigerer Temperatur gesponnen werden kann. Es genügen im allgemeinen schon Zusatzmengen von etwa 1–4% Alkalihydroxyd vom Gewicht des fertigen Fällbades.

Man hat bereits Alkalizinkatlösungen zum Fällen von Zelluloselösungen benutzt. Der Vorteil einer Alkalialuminatlösung besteht demgegenüber in der beträchtlich stärkeren Fällkraft bei gleicher Konzentration. Man kann also bis zur Erschöpfung in einem Fällbad der vorliegenden Erfindung eine größere Menge Kunstgebilde zum Koagulieren bringen und bei gleicher Konzentration mit größerer Fadengeschwindigkeit arbeiten. Ferner haben Versuche ergeben, daß das Zinkat einen größeren Überschuß von Natronlauge verlangt, um haltbare Fäden zu geben. Die Folge ist eine kleinere Fadenschutzwirkung des Zinks gegen die Auswaschsäure; die Fäden nach dem Spinnen müssen längere Zeit mit Wasser von den Resten des alkalischen Fällbades befreit werden als bei Anwendung der Aluminatlösung. Im Gegensatz zum Aluminatfällbad neigen die Fäden aus dem Zinkatfällbad sehr zur Ausscheidung von Kupferoxyd innerhalb des Fadens, was ein schärferes und längeres Behandeln mit Säure und eine geringere Fadenfestigkeit zur Folge hat. Die Anwesenheit von Aluminiumverbindungen im Faden vor dem Entkupfern hat ferner den Vorteil, daß das letztere mit schwächerer, die Fadenfestigkeit weniger angreifender Säure und in recht kurzer Zeit möglich wird. Aus den Aluminiumverbindungen bildet sich innerhalb des Fadens mit der Entkupferungsschwefelsäure eine Art Alaun, der große Wasserlöslichkeit besitzt und die Auslaugung des gleichzeitig gebildeten Kupfersulfats aus dem Faden anscheinend beschleunigt. Während des Fällens tritt auch Aluminium in den Faden ein und bringt dafür aus ihm einen beträchtlichen Teil des Kupfers heraus. Die Fäden sind also kupferärmer als bei den bekannten, kein weiteres Metall als Alkali enthaltenden Fällbädern und lassen sich also, was auf andere Weise bereits erreicht worden ist, ohne Schaden für Festigkeit und Glanz auch vor dem Entkupfern trocknen, so daß das Kupfer erst aus dem fertigen Strang entfernt werden kann. Zwecks Vermeidung des Ausfallens von Aluminiumhydroxyd kann man dem Fällbad Weinsäure, weinsaure Alkalien oder andere organische Oxyssäuren oder Oxyverbindungen (z. B. Zuckerarten, Dextrin, Glycerin usw.) zusetzen.

Patentspruch: Verfahren zum Fällen von Gebilden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, gekennzeichnet durch die Verwendung von wäßriger Alkalialuminatlösung ohne oder mit Zusatz von freiem Alkalihydroxyd.

Nach Delpech.

365. J. Delpech. Bad zum Fällen von Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

Franz. P. 437 014.

Spinnt man eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung in ein konzentriertes Alkalibad, das zum Teil aus Karbonat bestehen kann, so

erhält man Fäden, die je nach ihrer Dicke künstliche Seide oder künstliches Roßhaar darstellen. Die Fäden sind getränkt mit Kupfer und Alkali, welche man durch geeignetes Waschen entfernt. Während des Aufwickelns der Fäden auf die Spulen ist das gefällte Produkt tief indigoblau gefärbt, bei der Berührung mit dem ersten Waschbade ändert sich die Farbe und wird heller, gleichzeitig verlieren die Fäden an Glanz. Nach der vorliegenden Erfindung wird den alkalischen Bädern Dextrin zugesetzt, welches in der Weise wirkt, daß die Fäden während des Waschens glänzend bleiben. Nach dem Trocknen haben die Fäden einen höheren Glanz als die, welche nur mit alkalischen Fällbädern erhalten worden sind.

Nach Legrand.

366. E. G. Legrand, Paris. Verfahren zur Herstellung alkalischer Fällungsbäder für kupferoxydammoniakalische Zelluloselösungen bei der Erzeugung von künstlichen Seidenfäden, Filmen, Bändern u. dgl.

D.R.P. 250 357 Kl. 29 b vom 15. X. 1911 (gelöscht); franz. P. 445 896; brit. P. 19 001¹⁹¹²; Ver. St. Amer. P. 1 130 830.

Bei der bekannten Verwendung von Ätzalkalien als Fällungsmittel für kupferoxydammoniakalische Zelluloselösungen läßt man die Zelluloselösungen unter Druck durch entsprechende kapillare Mundstücke in konzentrierte Natronlauge austreten, die sie in Gestalt von Kupfer-Natronzellulosefäden fällt. Die nach dem Absäuern und Waschen erhaltenen Produkte sind weich und transparent, ihre Widerstandsfähigkeit und Elastizität ist größer als die von künstlicher Seide, welche durch Ausfällen mit Säuren erhalten wird. Trotzdem weist das Verfahren in der Praxis große Mängel auf. Das Bad nimmt nämlich während des Spinnens allmählich durch die Anwesenheit von gelösten Kupfersalzen eine blaue Farbe an und wird nach kurzer Zeit so stark gefärbt, daß es sehr schwer ist, einen zerrissenen Faden zu erkennen und wieder anzuknüpfen. Beim Waschen werden die äußeren Schichten des Fadens, die mit dem Wasser in direkte Berührung kommen, allmählich heller, während die inneren Schichten tief blau bleiben. Die Folge hiervon ist eine große Ungleichmäßigkeit in der Beschaffenheit der Seide. Die helleren Teile geben eine matte und durchscheinende Seide, manche Strähnen bleiben glänzend und klar, während andere ein milchig opaleszierendes Aussehen haben. Diese Ungleichmäßigkeiten treten beim Färben gleichfalls in Erscheinung, indem der Faden marmoriert aussieht, auch bemerkt man beim Trocknen Unterschiede in bezug auf Widerstandsfähigkeit und Elastizität. Diesen Mängeln hat man bereits durch Zusatz von Glykose, Saccharose, Laktose oder Glycerin zur konzentrierten Natronlauge abzuwehren versucht, welche als Reduktionsmittel wirken und das beim Spinnen in Lösung gehende Kupferhydroxyd reduzieren und als Oxydul ausfällen. Die erzielten Fortschritte sind indessen trotz der großen Mengen Zucker od. dgl., die man dabei verwenden muß, gering.

Es wurde nun die Beobachtung gemacht, daß durch Zusatz von Diastaselösungen zu Ätzalkalilaugen ein besonders wirksames Fällungs-

bad gebildet wird. Die besonders vorteilhafte Wirkung der Diastase beruht darauf, daß sie, schon in verhältnismäßig geringen Mengen zugesetzt, die koagulierende Wirkung des Fällungsbades sowohl verstärkt als auch nachhaltiger macht. Infolgedessen erhält man damit einen Faden von erheblich größerer Elastizität und Festigkeit als bei Verwendung von alkalischen Fällungsbädern allein oder mit Zusatz von Glukose, Saccharose od. dgl., was wiederum die Herstellung feinerer Fäden ermöglicht. Vergleichende dynamometrische Versuche haben beispielsweise ergeben, daß die bei Verwendung eines mit 4% Diastase versetzten konzentrierten alkalischen Fällungsbades erhaltene Seide eine mittlere Elastizität von 22% aufwies, wohingegen die mit Natronlauge allein von gleicher Konzentration erhaltene nur eine mittlere Elastizität von 14% und die bei Zusatz von 8% Saccharose erhaltene eine solche von 17% besaß. Des weiteren hat sich gezeigt, daß die koagulierende Wirkung eines alkalischen Fällungsbades durch Zusatz von Diastase derart verstärkt wird, daß die Konzentration des alkalischen Fällungsbades wesentlich verringert werden kann. Während man bei Verwendung eines alkalischen Fällungsbades ohne Zusätze oder bei einem solchen mit Zusätzen von Saccharose, Glycerin od. dgl. mindestens eine Lauge von 35% NaOH-Gehalt anwenden muß, wenn die Fällung genügend rasch und vollständig sein soll, um den Faden ohne Schaden verspinnen zu können, man jedoch in der Regel mit einer Lauge von 40% Ätznatrongehalt arbeitet, erzielt man bei einem Zusatz von 3–4% Diastase schon mit einem Fällungsbad von nur 19% Ätznatrongehalt eine vollkommene Fällung und einen Faden von höherer Elastizität als bei Verwendung eines 40% NaOH enthaltenden Fällbades mit einem Zusatz von 8% Saccharose. Beispielsweise wurde mit einem 19% Ätznatron enthaltenden Fällbad unter Zusatz von 3,7% Diastase eine Seide von 130 Deniers mit einer durchschnittlichen Elastizität von 21,5% erzielt.

Da die Diastase im Gegensatz zu den bisher verwendeten Reduktionsmitteln von Aldehyd- oder Ketoncharakter sich in alkalischer Lösung bei Temperaturen oberhalb 50° C zu zersetzen beginnt und damit an Wirksamkeit abnimmt, muß die Temperatur des Fällbades zweckmäßig zwischen 40 und 45° C gehalten werden und darf 50° nicht übersteigen. Dies ist aber für die Beschaffenheit der erhaltenen Seide nur vorteilhaft, da hohe Temperaturen, wie sie bei Verwendung von Saccharose u. dgl. notwendig sind, die Seide schädlich beeinflussen. Die reduzierende Wirkung der Diastase beginnt bei etwa 40° C. Die in Lösung befindlichen Kupfersalze werden niedergeschlagen, wobei die Natronlauge allmählich eine rötliche Farbe annimmt, welche die blauen Fäden in dem Fällungsbad leicht zu führen und zusammenzuknüpfen gestattet. Das Kupfer setzt sich als Oxydul am Boden des Gefäßes ab und kann durch Dekantieren entfernt und als Zementkupfer wiedergewonnen werden. Die durch das Gemisch von Ätzalkali- und Diastaselösung gefällte Kupfer-Natronzellulose hat auf den Spulen ein ganz gleichförmiges Aussehen. Der Faden hat beim Austritt aus dem Spinnbad eine charakteristische dunkelgrüne Färbung, die er selbst bei fortgesetztem Waschen mit Wasser

behält. Nach dem Entkupfern bewahrt er vollkommen seine Transparenz und besitzt einen lebhaften Glanz. Auch bemerkt man in den einzelnen Strähnen weder matte noch marmorierte Stellen, und die Färbung ist sehr gleichmäßig und besonders lebhaft. Diese Eigenschaften in Verbindung mit der besonders hohen Elastizität und großen Haltbarkeit eröffnen der nach dem neuen Verfahren hergestellten Seide zahlreiche neue Anwendungsgebiete, besonders in der mechanischen Stickerei und Weberei.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung alkalischer Fällungsbäder für kupferoxydammoniakalische Zelluloselösungen bei der Erzeugung von künstlichen Seidenfäden, Filmen, Bändern u. dgl., gekennzeichnet durch einen Zusatz von Diastaselösungen zu dem ätzalkalischen Fällungsbad. Nach dem

367. franz. Zusatzpatent 17 170; brit. P. 5154¹⁹¹³; österr. P. 62 643

wird mit Diastase und verdünnten Alkalilaugen gearbeitet.

Nach de Haën.

368. E. de Haën, Chemische Fabrik List. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden mittels Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

Franz. P. 440 907; Ver. St. Amer. P. 1 034 235 (J. Hermans); brit. P. 4610¹⁹¹²; belg. P. 243 694.

Bekanntlich wirken alkalisch gemachte Salzlösungen auf Kupferoxydammoniakzelluloselösungen fällend. Aber die erhaltenen Fäden genügten nur in beschränktem Maße den gestellten Anforderungen, sie waren infolge ihrer geringen Biegsamkeit und Festigkeit nicht in allen Zweigen der Textilindustrie verwendbar. Nach der vorliegenden Erfindung wird zu alkalischen Salzlösungen, z. B. von Salpeter, Nitrit in genügender Menge zugesetzt. Dadurch wird nicht nur die Fällkraft beträchtlich erhöht, das erhaltene Produkt hat vor allem auch eine Festigkeit und Elastizität in feuchtem wie in trockenem Zustande, wie sie durch Fälen mit anderen kombinierten Salzlösungen, auch mit Säuren oder Alkalien, nicht erhalten werden kann. Das Fällbad kann z. B. bestehen aus 25 kg Natronsalpeter, 15 kg Natriumnitrit, 4,5 kg Natronhydrat, 55,5 kg Wasser. Messungen ergaben, daß mit diesem Fällbad hergestellte Fäden in allen Fällen eine um 50% höhere Festigkeit und Elastizität hatten als die nach den besten bekannten Verfahren erhaltenen Fäden. Nach dem vorliegenden Verfahren erzeugte Fäden zeigten eine Elastizität von 326 mm auf 1 m Fadenlänge, während mit 30% iger Schwefelsäure gefällte Fäden 128 mm, mit 40° Bé starker Natronlauge gefällte Fäden 162 mm und mit alkalischer Kochsalzlösung gefällte Fäden 104 mm Ausdehnung ergaben. Die mit dem oben angegebenen Bade erzeugten Fäden nehmen außerdem schnell und gleichmäßig Farbstoffe auf, ihre wertvollste Eigenschaft ist aber, daß sie auch in der Weberei verwendet werden können.

369. E. de Haën, Chemische Fabrik List. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden mittels Kupferoxydammoniakzellulose-lösungen.

Franz. P. 15 861, Zus. z. P. 440 907; brit. P. 11 613¹⁹¹²; belg. P. 245 524.

Weitere Versuche mit dem Fällbad des Hauptpatentes (s. vorstehend) haben gezeigt, daß man Fäden mit den dort genannten wertvollen Eigenschaften auch erhalten kann, wenn man die Nitrite durch andere Körper mit reduzierenden Eigenschaften ersetzt. Es können dies organische oder anorganische Körper sein, z. B. Natriumarsenit, Natriumformiat oder Natriumsulfit. Die Wirkung dieser zugesetzten reduzierenden Körper erklärt sich vielleicht in der Weise, daß die Kupferoxydammoniaklösungen eine Oxydation der Zellulose bewirken, so daß ein Teil beim Spinnen als Oxyzellulose gefällt wird, die keine große Haltbarkeit hat. Die reduzierenden Stoffe geben nun Veranlassung zur Entstehung eines oxyzellulosearmen Fadens, der eine besondere Haltbarkeit besitzt. Die Fällbäder können z. B. bestehen aus: 30 kg Natronlauge 22° Bé, 30 l Wasser, 25 kg Natriumnitrat und 15 kg Natriumarsenit. Statt des Natriumarsenits kann die gleiche Menge Natriumformiat oder 10 kg Natriumsulfit verwendet werden. Die mit diesen Fällbädern erhaltenen Fäden zeigten die hohe Elastizität von 206, 247 und 207 auf 1 m Länge gegenüber 128, 162 und 104 bei Fäden, die mit Bädern aus Schwefelsäure, Natronlauge oder alkalischen Salzlösungen erhalten wurden. Dank ihrer Festigkeit und Elastizität sind die neuen Fäden in der Weberei als Kette zu verwenden.

Nach Glanzfäden Aktiengesellschaft.

370. Glanzfäden Aktiengesellschaft, Berlin. Verfahren zur Herstellung von Zellstoffgebilden durch Fällen von kupferoxydammoniakalischen Zellstofflösungen.

D.R.P. 286 297 Kl. 29 b vom 17. VIII. 1913; Ver. St. Amer. P. 1 317 306 (P. Minck).

Es ist bekannt, bei der Fällung von Zellulosegebilden aus kupferoxydammoniakalischen Zelluloselösungen den ätzalkalischen Fällbädern Alkalichloride zuzusetzen. Ein solcher Zusatz beschleunigt das Erstarren des Fadens und gestattet, eine schwächere Alkalilösung zu verwenden (Patentschrift 206 883)¹⁾. Ein Spinnbad aus wenig Ätznatron mit größeren Mengen Kochsalz zeigt eine bedeutend wirksamere Koagulationskraft als ein reines Natronbad von hoher Konzentration und ist auch beträchtlich wirtschaftlicher. Durch den Salzgehalt des Spinnbades wird das Wasser aus den erstarrenden Fäden so kräftig und schnell herausgetrieben, daß die Zellstoffmoleküle sich in einer sehr kompakten Struktur zur festen Substanz aufbauen. Hierdurch wird ein sehr fester, glänzender und äußerst glatter Faden erzielt, dessen Eigenschaften für manche Verwendungsarten, z. B. für die Herstellung von Wirkwaren, besonders geschätzt werden. Für andere Zwecke sind dagegen diese Eigenschaften nicht erwünscht, indem hier ein weniger glattes Erzeugnis

¹⁾ Siehe S. 329.

von loserer Struktur den Vorzug genießt. Ein Erzeugnis mit diesen Eigenschaften entsteht nun, wenn man einer schwachen Ätzalkalilösung anstatt Alkalichloride kohlen-saures Alkali (z. B. Soda) zusetzt, dessen Menge in einem bestimmten Verhältnis zu dem jeweiligen Kupfergehalt des Bades steht. In diesem Falle setzt sich das beim Spinnen in das Spinnbad gelangende Kupferhydroxyd zu kohlen-saurem Kupfer um, das von der ammoniakhaltigen Ätzalkalilauge (Natronlauge) des Bades in Lösung gehalten wird. Bei dem Erstarren des Fadens wird nun das in ihm befindliche Kupferhydroxyd durch das Kupferkarbonat des Bades zu basischem, kohlen-saurem Kupfer umgesetzt unter gleichzeitiger Verdrängung des Ammoniaks durch die Lauge. Das entstehende basische Kupfersalz ist in dem Ätzalkali des Bades nicht mehr löslich, so daß gleich ein fester Faden erhalten wird. Dagegen ist es in Säuren von mäßiger Konzentration sehr leicht löslich und wird durch diese glatt aus dem Faden ausgeschieden. Beim Entkupfern des erstarrten Fadens, z. B. durch Schwefelsäure, bildet sich schwefelsaures Kupfer, während die Kohlensäure aus dem Faden ausgetrieben wird. Gerade hierauf scheint der kristallklare und doch lose Aufbau der Zellulose zu beruhen, der zu einem hochglänzenden Erzeugnis führt, dessen sämtliche Einzel-fädchen vollkommen geschmeidig bleiben und nicht verkleben. Der Faden wird elastischer, voller, weißer und weicher und ist gegenüber den bekannten erheblich veredelt. Mit Hilfe eines reinen Ätznatronbades oder eines Salznatronbades lassen sich derartige Fäden bisher nicht erzeugen, und zwar weil sich die im Faden entstehenden Kupfersalze in derartigen Bädern ganz anders verhalten. Die Kupfersalze sind in diesem Falle schwer löslich in Säuren und zersetzen sich schon in kurzer Zeit an der Luft. Das basische kohlen-saure Salz, welches bei vorliegendem Verfahren entsteht, ist dagegen vollkommen haltbar, worin ein erheblicher Vorteil liegt, wie z. B. bei größeren und kleineren Betriebsstörungen, die kein sofortiges Entkupfern des gesponnenen Garnes zulassen. Es sei hier als wichtig hervorgehoben, daß ein frisch angesetztes Bad von Ätznatron und Soda, das keine Kupfersalze enthält, ein schwammiges, milchiges, minderwertiges Erzeugnis liefert, da anscheinend in diesem Falle die Soda nicht schnell genug das Kupferhydroxyd in dem erstarrenden Faden in Karbonat überzuführen vermag und mit dem im Faden enthaltenen Ammoniak in Konflikt gerät. Nur das schon vorher im Bade gebildete Kupferkarbonat vermag ohne Störung das Kupferhydroxyd im Faden zu einem basischen Salz umzusetzen. Es sind zwar schon Fällbäder bekannt, die neben einer Ätznatronlösung von 44–49% noch 23–28% Natriumkarbonat enthalten (französische Patentschrift 392 869)¹⁾, doch zeigen diese verschiedene, auf der Verwendung stark konzentrierter Ätzalkalien beruhende Nachteile und ergeben nur matte, fast glanzlose Fäden, d. h. Nachahmungen von Grège-Seidenfäden.

Die Erfindung besteht daher im wesentlichen darin, daß man ein Fällbad mit verhältnismäßig wenig Ätzalkali verwendet, das auch Kupferkarbonat enthält, wobei dieses entweder unmittelbar zugesetzt

¹⁾ Siehe S. 328.

oder durch Zusetzen von Kupferhydroxyd und Alkalikarbonat im Bade erzeugt werden kann. Dabei ist weiter von Bedeutung die richtige Erkenntnis des Zusammenwirkens des im sich bildenden Faden enthaltenen Kupferoxydammoniaks mit dem im Spinnbade befindlichen Ätzalkali und kohlenstoffsaurem Kupfer. Indem dieses das ammoniaklösliche Kupferhydroxyd in ein wenig oder gar nicht lösliches basisches Karbonat überführt, erstarrt bei gleich niedriger Konzentration des Ätzalkalis der Faden ebenso schnell wie im Salznatronbade. Da aber schon bedeutend geringere Mengen von Alkalikarbonat als Salze diese günstige Wirkung erzielen, bleibt das neue Bad, abgesehen von der Erzielung eines verbesserten Erzeugnisses, auch in wirtschaftlicher Beziehung überlegen, zumal sich bei der Umsetzung zwischen Alkalikarbonat und Kupferhydroxyd freies Ätzalkali bildet, was dem Ätzalkaligehalt des Bades zugute kommt.

Beispiel. Man setze etwa 10 000 l Wasser etwa 4% Ätznatron und 1% kohlenstoffsaures Natron zu, also 400 und 100 kg. Hierauf löse man in dem Bade ungefähr $\frac{1}{2}\%$ Kupferhydroxyd, also etwa 50 kg. Dieses braucht man nur einmal zuzusetzen, da beim Spinnen der Kupferoxydammoniakzelluloselösungen stets ein gewisser Anteil des Kupferhydroxyds infolge der Reibung zwischen Fäden und Bad in das Bad übergeht und sich dieses Kupferhydroxyd unter der Wirkung der in angemessenen Mengen während des Spinnens zugesetzten Soda zu Kupferkarbonat umsetzt. In einem solchen Bade ist eine Abzugsgeschwindigkeit von 45 m in der Minute zu erreichen trotz der niedrigen Konzentration des Ätznatrons. Die Bäder werden in der Weise aufgefrischt, daß immer ein Teil des Bades zur Zeit zurückgezogen wird, so daß dauernd eine gewollte Menge von kohlenstoffsaurem Kupfer im Hauptbade verbleibt. Der abgezogene Teil wird durch Ausdampfen des Bades aufgefrischt, wobei das Ammoniak in üblicher Weise wiedergewonnen wird und das in der Siedehitze leicht zersetzliche kohlenstoffsaure Kupfer als körniges, wasserfreies Salz ausfällt, ohne daß die sonst üblichen Reduktionsmittel erforderlich wären.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Zellstoffgebilden durch Fällen von kupferoxydammoniakalischen Zellstofflösungen, dadurch gekennzeichnet, daß das Fällbad neben Ätzalkalien Kupferkarbonat enthält.

2. Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Kupferkarbonat im Bade durch Zusatz von Kupferhydroxyd und Alkalikarbonat erzeugt wird.

3. Ausführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß während des Spinnens dem Bade von Zeit zu Zeit die erforderliche Menge Alkalikarbonat zugefügt wird unter Belassung des beim Spinnen mit dem Faden in das Bad gelangenden Kupferhydroxyds, welches durch das Alkalikarbonat fortdauernd in Kupferkarbonat übergeführt wird.

Vgl. zu der alkalischen Fällung noch D.R.P. 173 628, S. 195 und Berl., Zeitschr. f. angew. Chem. 1901, S. 987, 1. Sp. unten.

Nach Zellstoff-Verwertungs-A.-G. und Wagner.

371. Zellstoff-Verwertungs-A.-G. und A. Wagner, Pirna. Verfahren zur Herstellung von feinfaseriger Kunstseide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung nach dem Streckspinnverfahren.

D.R.P. 393 947 Kl. 29b vom 30. V. 1922.

Bei der nach dem Streckspinnverfahren aus Kupferzelluloselösungen hergestellten feinen Seide verkleben die Elementarfäden leicht, vielleicht infolge des Ammoniaks. Sie weisen auch nicht die hohe und gleichmäßige Festigkeit auf, die wünschenswert ist. Diese Übelstände werden durch die nachstehende Erfindung beseitigt.

Man muß den Faden nach seinem Auslaufen aus dem Trichter durch ein Metallsalzbad statt durch Säure hindurchführen. Auf diese Weise erhält man endgültig einen besonders fülligen, festen Faden, in welchem die einzelnen Fäden nicht miteinander verklebt sind.

Beispiel. Die nach der bekannten Methode des Streckspinnverfahrens hergestellten kupferhaltigen Fäden werden nach dem Austritt aus dem Spinntrichter durch ein 15% iges ferrosulfathaltiges Bad geführt. Der braune Faden wird dann in einem Spinntopf aufgefangen oder auf eine Spule aufgewickelt. Der dunkelgelb bis braun aussehende Faden wird nun in Strangform gebracht, gewaschen und mit verdünnter Schwefelsäure von Eisen und Kupfer befreit und getrocknet.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von feinfaseriger Kunstseide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung nach dem Streckspinnverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß die aus dem Spinntrichter austretenden Fäden mit einer wäßrigen Eisensulfatlösung behandelt werden.

Nachbehandlung aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen gefällter Fäden, Waschen, Trocknen, Zwirnen.

Für die weitere Behandlung aus kupferoxydammoniakalischer Zelluloselösung gefällter Fäden, das Entkupfern, Waschen, Trocknen u. a. m. sind folgende Patente von Interesse:

Nach Crumière.

372. E. Crumière, Paris. Verfahren zur Entkupferung mittels ammoniakalischer Kupferoxydzelluloselösungen erzeugter künstlicher Gebilde.

D.R.P. 228 504 Kl. 29b vom 9. VI. 1907 (gelöscht); franz. P. 375 827; brit. P. 2794¹⁹⁰⁸; Ver. St. Amer. P. 904 684.

Bei der Herstellung künstlicher Seide, künstlichen Haares oder ähnlicher Gebilde aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose ist es notwendig, aus den koagulierten Produkten die Kupfersalze zu entfernen. Dies geschieht durch Anwendung von Säure. Es war aber auf diese Weise nicht möglich, die Kupfersalze rasch und ohne Aufwand großer Säuremengen vollständig zu entfernen; denn die frisch gebildeten

Fäden müssen wegen ihrer geringen Widerstandskraft vorher auf Bobinen gewickelt und in diesem Zustande entkupfert werden, wobei die Säure nur schwierig mit den einzelnen Fäden in Berührung kommt. Andererseits wird die lösende Kraft der Bäder bald erschöpft, so daß eine häufige Erneuerung erfolgen muß. Die Entkupferung vollzieht sich daher nicht nur langsam und unvollkommen, sondern auch nur unter einem großen Aufwand an Lösungsmittel. Den Gegenstand der Erfindung bildet nun ein Verfahren, das eine schnelle und vollkommene Entkupferung der Zellulosegebilde ermöglicht und dabei den Vorteil aufweist, daß man eine sehr geringe Menge des Lösungsmittels benötigt, und daß außerdem dieses Lösungsmittel dauernd brauchbar bleibt, während das bei der Herstellung der Kupferoxydammoniakzellulose verbrauchte Kupfer als metallisches Kupfer gleichzeitig wiedergewonnen wird. Das Verfahren besteht darin, daß man künstliche Seide, künstliches Haar oder irgendwelche aus der ausgefallten kupferhaltigen Zellulosemasse hergestellten Gegenstände in ein mit Wasser verdünnte Säure, z. B. Schwefelsäure, enthaltendes Gefäß bringt, und daß man darauf durch die Flüssigkeit einen elektrischen Strom leitet. Hierbei tritt schnell Entfärbung der Zellulosegebilde ein; das Kupfer wird durch die Säure gelöst und wandert zur Kathode, wo es niedergeschlagen wird, während die verbrauchte Säure sich kontinuierlich regeneriert. Die Wahl der Elektroden ist beliebig; man kann das Gefäß selbst als Elektrode ausbilden. Die entkupferte künstliche Seide wird in Wasser gewaschen und darauf getrocknet. Sie ist von schöner weißer Farbe und besitzt hohen Glanz.

Patentanspruch: Verfahren zur Entkupferung mittels ammoniakalischer Kupferoxydzelluloselösungen erzeugter künstlicher Gebilde, dadurch gekennzeichnet, daß man die zu entkupfernden Gebilde in einer sauren Löseflüssigkeit der Wirkung des elektrischen Stromes aussetzt.

Nach Fremery und Urban.

373. Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch. Verfahren zum Waschen von aufgespulten oder aufgewickelten Zellulosefäden, -häutchen u. dgl.

D.R.P. 111 409 Kl. 29 vom 11. III. 1899 (gelöscht); brit. P. 6641¹⁸⁹⁹; österr. P. 6843; Ver. St. Amer. P. 661 214; schweiz. P. 19 062.

Bei der Gewinnung künstlicher Seide auf nassem Wege aus Lösungen von Zellulose ist es ungemein schwierig, aus den auf Walzen aufgespulten Zellulosefäden das Lösungsmittel sowie die die Abscheidung der Zellulose bewirkenden Chemikalien vollständig auszuwaschen. Selbst bei Aufwand großer Mengen Waschwasser sowie bei mehrtägig fortgesetztem Waschen gelingt es nicht, die Zellulose absolut rein zu erhalten, wie dies z. B. bei ihrer Verwendung als künstliche Seide erforderlich ist.

Dieses Erfordernis wird mit geringen Mengen Waschflüssigkeit und in kurzer Zeit vollkommen erreicht, wenn man die zum Auswaschen benutzte Flüssigkeit nacheinander das auf einer Anzahl übereinander angeordneter Walzen befindliche Fadenmaterial berieseln läßt. Dabei wird das Waschen systematisch derart durchgeführt, daß die unter dem

Berieselungsrohr befindlichen Walzen zum Trocknen von Hand weggenommen werden, sobald festgestellt ist, daß die auszuwaschenden Chemikalien vollständig entfernt sind, die unter diesen Walzen liegenden Walzen höher gelegt und schließlich die untersten ebenfalls höher gelegten Walzen durch noch nicht gewaschene Walzen ersetzt werden.

Patentanspruch: Verfahren zum Waschen von Zellulosefäden, -häutchen u. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß man die oben eintretende, zum Auswaschen dienende Flüssigkeit die übereinander gelagerten Walzen oder Spulen, auf welche die Fäden oder Häutchen aufgespult oder aufgewickelt sind, nacheinander berieseln läßt.

Eine zur Ausführung des Verfahrens geeignete Vorrichtung ist in den Patentschriften abgebildet.

374. Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch. Neuerung in dem Verfahren zum Waschen von Zellulosefäden, -häutchen u. dgl. D.R.P. 111 790 Kl. 29 vom 5. XII. 1899 (gelöscht), Zus. z. P. 111 409; brit. P. 24 101¹⁸⁹⁹; Ver. St. Amer. P. 705 748.

Bei dem Verfahren des Hauptpatentes (s. vorstehend) kommt es darauf an, die Zellulosegebilde von Metall oder Metallverbindungen zu befreien, was durch Waschen mit Wasser in der dort angegebenen systematischen Weise gelingt. Statt Wasser kann nun auch jede Flüssigkeit benutzt werden, die Metallreste oder Metallverbindungsreste in lösliche Form überzuführen vermag. Zweckmäßig berieselt auch hier die Waschflüssigkeit (Säure oder Salzlösung) in möglichst verdünntem Zustande und in möglichst geringer Menge die Zellulosefäden auf den übereinander gelagerten Walzen oder Spulen nacheinander systematisch nach dem Gegenstrom. Eine schädliche Bildung basischer Salze findet dann nicht statt, was bei Anwendung großer Wassermengen immerhin der Fall sein könnte. Das Verfahren ist wenig kostspielig. Etwa verbliebene Spuren Säure oder Salzlösung sind sehr leicht und rasch unter Aufwand von nur geringen Mengen reinen Wassers durch analog durchgeführtes Waschen auszuwaschen. Wird Essigsäure oder eine andere leicht flüssige Säure angewendet, so kann ein weiteres Waschen mit reinem Wasser sogar entbehrt werden, da solche Säure beim nachfolgenden Trocknen sich verflüchtigt, ohne die Zellulosegebilde chemisch schädlich zu beeinflussen.

Patentanspruch: Bei dem Verfahren nach dem Hauptpatent 111 409 die Verwendung angesäuerten oder salzhaltigen Wassers als Auswaschwasser, wonach namentlich bei Verwendung nicht flüchtiger Säuren oder salzhaltigen Wassers eine Nachwaschung mit reinem Wasser erfolgen kann.

Waschmaschine nach Foltzer.

375. J. Foltzer, Loewen (Belg.). Waschmaschine für auf Spulen gewickelte Kunstfäden.

D.R.P. 165 577 Kl. 29a vom 9. IV. 1905 (gelöscht); franz. P. 353 973.

Die Fig. 197 und 198 veranschaulichen schematisch ein Ausführungsbeispiel der Maschine in Seiten- und Vorderansicht. Sie besteht aus

den endlosen Ketten *a*, welche über Kettenrollen *c*, *d* und *e*, *f* gelegt sind und ihre Bewegung von den Scheiben *g*, *h* der Antriebswelle *i* erhalten. Auf jedes dritte oder vierte Kettenglied ist eine nach außen offene Öse *j* aufgesetzt, die zur Aufnahme von mit Schalträdern *k* versehenen Stäben *l* dienen. Auf die Stäbe können eine, zwei oder mehrere Spulen *m* aufgeschoben werden. An den Seitengestellen der Maschine sitzen in entsprechenden Entfernungen mehrere Klinken *n* und *o*, welche in die Schalträder *k* eingreifen und diese beim Umlaufen der endlosen

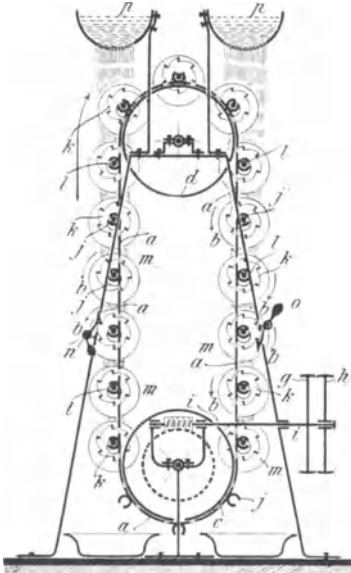


Fig. 197.

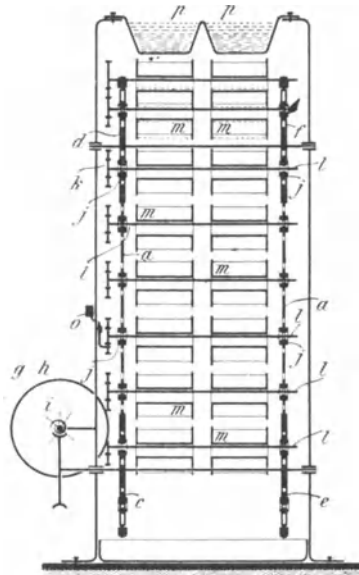


Fig. 198.

Ketten im Sinne der Pfeile *b* drehen, so daß alle Seiten gleichmäßig von der aus den Trögen *p* herabrieselnden Waschflüssigkeit getroffen werden. Die Spulen werden auf der einen Seite der Maschine eingelegt und auf der entgegengesetzten Seite weggenommen.

Patentansprüche: Waschmaschine für auf Spulen gewickelte Kunstfäden mit selbsttätiger Vorbewegung und gleichzeitiger Drehung der Spulen, dadurch gekennzeichnet, daß die mit Schalträdern (*k*) versehenen Spulenspindeln (*l*) in offene Lager (*j*) von endlosen Ketten (*a*) eingelegt sind, die mittels eines mit Fest- und Losscheibe versehenen Vorgeleges unterhalb siebförmig gelochter Tröge (*p*) für die Waschflüssigkeit hinwegbewegt werden, wobei am Maschinengestell angeordnete, mit den Schalträdern (*k*) der Spulenspindeln in Eingriff kommende Klinken (*n*, *o*) die Spulen beim Umlaufen der endlosen Ketten schrittweise drehen.

Eine ähnliche Waschorrichtung beschreibt E. Mertz in dem franz. P. 364 913 und dem schweiz. P. 34 854. Da werden die Walzen während des Berieselns dadurch gedreht, daß ihre vorstehenden Ränder an Leisten vorbeigehen und sich daran reiben.

Nach Bernstein.

376. H. Bernstein, Philadelphia. Herstellung künstlicher Seide.
Ver. St. Amer. P. 960 791.

Um das Auswaschen von Zellulosefäden, die aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen durch Säuren gefällt sind und von dem Lösungsmittel befreit werden müssen, zu beschleunigen, werden die Zylinder, auf die die Fäden aufgewunden sind, in einem Wasserbade von 25—50° C bewegt oder gedreht, wodurch die Gebilde so geöffnet werden, daß ein nachfolgendes Waschen mit angesäuertem Wasser unnötig wird. Das Wasser wird auch als Dampf oder versprüht zur Einwirkung gebracht.

Nach Fremery und Urban.

377. Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch. Verfahren zur Herstellung fester und glänzender Zelluloseprodukte.
D.R.P. 121 429 Kl. 29b vom 10. III. 1899 (gelöscht); brit. P. 6735¹⁸⁹⁹; Ver. St. Amer. P. 691 257; franz. P. 286 692.

In der Patentschrift 98 642¹⁾ ist beschrieben, daß man Fäden mit seidenartigem Glanz aus einer Auflösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak erhalten kann. Es hat sich jedoch herausgestellt, daß das Maximum des Glanzes, der Dehnbarkeit und Festigkeit, welche für die technische Verwertbarkeit des Produktes allein maßgebend sind, nicht erreicht wird, wenn, wie in der Patentschrift 98 642 angegeben, die nassen Fäden unter gleichzeitiger Trocknung abgehaspelt werden. Vollkommen sicher hingegen kommt man zu diesem Resultat, wenn man dafür sorgt, daß ein Zusammenziehen des Fadens zwar stattfinden kann, aber nur in dem Maße, daß während der ganzen Zeit des Trocknens eine gewisse Spannung erhalten bleibt, und daß man die aus der Zelluloselösung abgeschiedenen Fäden, Häutchen od. dgl. langsam bei einer nur mäßigen Temperatur bis ungefähr 40° C trocknen läßt. Man erreicht die zur Erzielung des hohen Glanzes notwendige Spannung am besten z. B. dadurch, wenn man die Fäden, Häutchen od. dgl. ohne vorangehende Streckung auf den Walzen selbst eintrocknen läßt, welche zweckmäßig einen möglichst großen Durchmesser besitzen. Die Kontraktion des gallertartigen Fadens infolge allmählicher Wasserabgabe geht dann nur so weit vor sich, als es der Umfang der Walze zuläßt, indem hierbei der Widerstand der zylindrischen Walze eine sehr gleichmäßige Spannung erzeugt. Nach einer solchen Behandlung können die Produkte der weiteren üblichen Behandlung (z. B. dem Anfeuchten oder der Einwirkung von Bädern mit nachfolgendem Trocknen bei höherer Temperatur) unterworfen werden, ohne daß die Festigkeit und der Glanz der Zellulose beeinträchtigt werden. Dieser Erfolg wird bei der sofortigen Trocknung bei höherer Temperatur nicht erreicht; nach den Versuchen verwandelte sich die aus ihrer Lösung ausgeschiedene Zellulose oder Hydrozellulose bei dem sonst üblichen Trocknen ohne geeignete Spannung stets in eine porzellanartige, mürbe, glanzlose Masse

¹⁾ Siehe S. 183.

von geringer Festigkeit oder zersetzte sich unter Bräunung bei Anwendung höherer Hitzegrade.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung fester und glänzender Zelluloseprodukte, namentlich feiner Fäden und Häutchen, in gallertartigem Zustande gewonnen durch Ausfällen von gelöster Zellulose oder Zellosedervaten außer Nitrozellulose aus ihren Lösungsmitteln mittels geeigneter Fällflüssigkeiten, dadurch gekennzeichnet, daß das Trocknen der auf Walzen aufgewickelten gallertartigen Fäden oder Häutchen, ohne eine besondere Streckung anzuwenden, auf den Walzen selbst erfolgt, so daß die zylindrische Walze der natürlich eintretenden Kontraktion überall gleichmäßig entgegenwirkt und so eine überall gleichmäßige Spannung des Fadens aufnimmt.

2. Das durch Anspruch 1 gekennzeichnete Verfahren in der Weise ausgeführt, daß man das Trocknen auf den Walzen bei verhältnismäßig niedriger, etwa 40° C nicht übersteigender Temperatur vor sich gehen läßt, welche Trocknung durch Vakuum oder verstärkten Luftwechsel beschleunigt werden kann.

378. Dr. M. Fremery und J. Urban, Oberbruch. Verfahren zur Herstellung fester und glänzender Zelluloseprodukte.

D.R.P. 121 430 Kl. 29b vom 13. VIII. 1899 (gelöscht), Zus. z. P. 121 429; brit. P. 20 630¹⁸⁹⁹; österr. P. 11 879; Ver. St. Amer. P. 650 715.

Bei den praktischen Versuchen mit dem Verfahren des Hauptpatentes (s. vorstehend) wurde beobachtet, daß das Trocknen in zwei Phasen verläuft. Ein Teil des Wassergehaltes der Fäden verdampfte ziemlich rasch, der größere Teil dagegen nur recht langsam, so daß die Annahme gerechtfertigt erschien, daß ein Teil des Wassergehaltes sich in festerer, vielleicht chemischer Verbindung mit der Zellulose befindet. Es wurden daher weitere Versuche angestellt, welche darauf abzielten, vor dem eigentlichen Trocknen das Hydratwasser in seiner Verbindung mit der Zellulose zu lösen oder doch wenigstens zu lockern. Durch eine Steigerung der Temperatur des Trockenraumes hatte man nicht den erwünschten Erfolg, da eine Bräunung des Zellulosefadens eintrat und auch Glanz und Festigkeit eine gewisse Einbuße zu erleiden schienen. Es wurde daher versucht, die Walzen kurze Zeit in heißes Wasser (70–100° C) einzutauchen oder sie auch einem Strom von Wasserdampf auszusetzen; es wurde also eine höhere Temperatur (bis zu 100° C) bei gleichzeitiger Anwesenheit von Wasser und Wasserdampf in Anwendung gebracht. Es wurde durch diese Einwirkung der Erfolg erzielt, daß der fester gebundene Wasseranteil derart gelockert wurde, daß nunmehr das in der Patentschrift 121 429 beschriebene Trocknen bei mäßiger Wärme in der Trockenkammer jetzt nur noch etwa ein Viertel der früher erforderlichen Zeit beanspruchte. Die Fäden oder Häutchen erlangten auch hier die geschätzte höhere Festigkeit und den seidenähnlichen Glanz.

Patentanspruch: Das durch Patent 121 429 gekennzeichnete Verfahren in der Weise ausgeführt, daß die auf die Walzen aufgewickelten Fäden oder Häutchen zunächst in Berührung mit Wasser (flüssig oder dampfförmig) einer höheren Temperatur von etwa 70–100° C ausgesetzt

werden, wodurch eine Lockerung des mit der Zellulose des Fadens oder Häutchens fester verbundenen Wassers bewirkt wird, worauf man das Trocknen der so behandelten Fäden auf den Walzen, wie im Hauptpatent angegeben, bei verhältnismäßig niedriger Temperatur vor sich gehen läßt.

Nach Linkmeyer und Pollak.

379. R. Linkmeyer und M. Pollak. Verfahren zur Erhöhung des Glanzes von Zellulosefäden.

Franz. P. 350 889.

Bekanntlich läßt sich Zellulosefäden, besonders solchen, die aus kupferoxydammoniakalischen Zelluloselösungen gewonnen sind, dadurch ein starker Glanz geben, daß man ihre Verkürzung beim Trocknen verhindert. Dieser Glanz läßt sich noch bedeutend dadurch steigern, daß man die gallertartigen Fäden um 5–20% ihrer anfänglichen Länge dehnt und sie unter solcher Streckung trocknet. Hierfür besonders geeignet sind Fäden, die durch Lauge aus Zelluloselösungen gefällt sind.

Nach Linkmeyer.

380. R. Linkmeyer. Herstellung künstlicher Seidenfäden.

Franz. P. 357 837.

Die aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen in neutralen oder alkalischen Bädern gefällten Fäden müssen durch Säuren oder andere Lösungsmittel von Kupfer befreit werden. Man erhält nun sehr glänzende, feine Fäden von seidenartigem Griff dadurch, daß man die Behandlung mit Säuren unter Streckung der Faser ausführt, und zwar unter einer Streckung, die über die ursprüngliche Länge der Fäden hinausgeht. Am leichtesten läßt sich die Streckung in dem Punkt ausführen, wo die Säure einwirkt, vorher braucht man zur Streckung sehr viel Kraft, und nachher ist sie nur in sehr beschränktem Maße möglich. Ist die Einwirkung der Säure beendet, so kann man die Spannung aufheben, ohne daß der Faden sich auf die ursprüngliche Länge zusammenzieht. Die Fäden werden dann entsäuert und in üblicher Weise weiterbehandelt. Die unter Spannung gesäuerten Fäden zeigen, auch wenn sie ohne Spannung getrocknet werden, einen deutlichen Seidenglanz, während ohne Spannung gesäuerte und getrocknete Fäden vollständig glanzlos sind.

381. R. Linkmeyer, Herford. Verbesserungen in der Herstellung glänzender Zellulosefäden.

Brit. P. 4765¹⁹⁰⁵; franz. P. 361 061; Ver. St. Amer. P. 842 568.

Die aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen gefällten und durch Waschen mit Säuren von Salzen befreiten Fäden sind besonders in feuchtem Zustande nicht sehr fest. Dies beruht auf gewissen Zersetzungen, die durch freies Ammoniak hervorgerufen werden. Wird unmittelbar nach der Fällung das in den Fäden enthaltene Ammoniak so vollständig als möglich entfernt, so treten diese Zersetzungen nicht ein und die Festigkeit der Fäden wird gesteigert.

Zur Ausführung dieses Verfahrens werden die Fäden sofort nach der Fällung auf durchlöchernten Zylindern mit Luft behandelt, die durch sie durchgesaugt oder durchgedrückt wird. Mit Natronlauge gefällte Fäden, die zunächst blau und durchsichtig sind, werden blasser und undurchsichtig und werden, wenn ihr Aussehen sich nicht mehr ändert, mit Schwefelsäure von 10–30% von Kupfer befreit. Sie sind dann glasartig und farblos und werden zum Schluß nochmals gewaschen.

Nach Thiele.

382. Dr. E. Thiele, Barmen. Verfahren zur Erhöhung der Festigkeit von Zellulosefäden.

D.R.P. 134 312 Kl. 29b vom 27. I. 1901 (gelöscht).

Das Verfahren beruht auf der Beobachtung, daß die Festigkeit künstlicher Zellulosefäden, insbesondere die Festigkeit in angefeuchtetem Zustande, bedeutend erhöht werden kann, wenn man die Fäden nach dem Trocknen durch dehydratisierend wirkende Mittel vor ihrem chemisch gebundenen Wasser befreit. Diese Dehydratisierung kann am einfachsten durch Behandeln der trockenen Fäden mit wasserentziehenden Mitteln (Chlorkalziumlauge, Alkohol u. dgl. geschehen. Oder man erhitzt die trockenen Fäden in indifferenten Mitteln, insbesondere Wasser und Wasserdampf, auf höhere Temperatur. Von wesentlicher Bedeutung ist hierbei, daß die Fäden gut getrocknet (mindestens lufttrocken) sind, bevor sie der höheren Temperatur ausgesetzt werden. Erhitzt man frisch gesponnene, noch feuchte Fäden sofort auf höhere Temperatur, wie dies bereits vorgeschlagen wurde¹⁾, so wird wohl das nachfolgende Trocknen etwas gekürzt, dagegen die Festigkeit nicht erhöht, sondern eher herabgesetzt. Theoretisch dürfte dies darauf zurückzuführen sein, daß das im Innern der frischen Fäden enthaltene, mechanisch gebundene Wasser beim Erhitzen sich gewaltsam Luft macht und dadurch ein Lockern und Zerreißen der Fadenoberfläche, also eine Schwächung des Fadens, herbeiführt, während beim Erhitzen des bereits durch längeres Trocknen von diesem mechanisch gebundenen Wasser befreiten Fadens nur ein langsames und allmähliches Abspalten des Hydratwassers, also ausschließlich eine Überführung des wenig festen Hydrats in das bedeutend festere Anhydrid, ohne gleichzeitige Schwächung durch Zerreißung der Fadenoberfläche stattfindet. Durch Anwendung trockener Fäden ist man schließlich auch in der Lage, eine 100° C überschreitende Temperatur anzuwenden und damit eine energische Dehydratisierung der Fäden zu bewirken. Um hierbei eine teilweise Überhitzung der Fäden zu vermeiden, empfiehlt es sich, die Erhitzung der trockenen Fäden durch überhitzten Wasserdampf auszuführen.

Beispiel. Die aus Kupferoxydammoniak-, Chlorzink-, Thiokarbonat u. dgl. -Lösungen gesponnenen Fäden werden in üblicher Weise getrocknet, danach mit starker Chlorkalziumlauge behandelt, gewaschen und wieder getrocknet. Oder man erhitzt Wasserdampf auf 105 bis 120° C und läßt ihn durch die getrockneten Fäden streichen.

¹⁾ Siehe S. 350.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Erhöhung der Festigkeit künstlicher Zellulosefäden, dadurch gekennzeichnet, daß die Zellulosefäden nach dem Trocknen durch dehydratisierend wirkende Mittel von ihrem chemisch gebundenen Wasser befreit werden.

2. Eine Ausführungsform des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die Zellulosefäden nach dem Trocknen mit wasserentziehenden Mitteln (Chlorkalziumlauge, Alkohol u. dgl.) behandelt werden.

3. Eine zweite Ausführungsform des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die trockenen Zellulosefäden in indifferenten Mitteln, insbesondere Wasser oder Wasserdampf, auf höhere Temperatur erhitzt werden.

4. Bei dem unter 3. beanspruchten Verfahren die Erhitzung der trockenen Zellulosefäden durch überhitzten Wasserdampf.

Nach Pawlikowski.

383. R. Pawlikowski. Spule mit Einrichtung, um die aufgespulte Kunstseide nachträglich zu spannen.

Franz. P. 417 851; D.R.P. 235 325 Kl. 29a vom 24. VIII. 1910 (gelöscht) und 246 481 vom 10. IX. 1910 (gelöscht); brit. P. 16 629¹⁹¹⁰.

Die Spulen des Patentes dienen dazu, die aufgespulte und durch Säuren von Kupfer befreite Kunstseide beim Trocknen zu spannen.

Es ruhen z. B. die den Spulenumfang bildenden Stäbe *a* auf einem elastischen Bande *b* (Fig. 199) oder einem Kautschukkranz *c* auf und werden zunächst durch umgelegte Bänder *e* dem Spulennern genähert. Ist die Fadenschicht *f* aufgebracht,

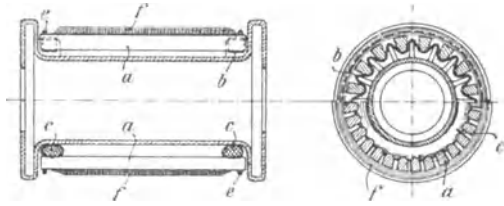


Fig. 199.

so werden die Bänder *e* gelöst, und die Stäbe *a* werden nach außen gedrückt, wodurch die Seide unter Spannung gesetzt wird. Oder die Stäbe *a* ruhen auf Gummiringen auf, die mit komprimierter Luft gefüllt sind. Durch sie und konische, aufschraubbare Kappen werden die Stäbe *a* in größerer oder geringerer Entfernung von dem Spulennern gehalten. Die sich ausdehnenden Ringe spannen die aufgewickelte Seide *f*. Endlich kann der Spulenzylinder Erhöhungen haben, auf denen die Stäbe *a* ruhen. Nach Bewicklung mit der Kunstseide werden durch Ringe, die in eine bestimmte Lage gebracht werden, die Stäbe *a* nach außen gedrängt.

384. R. Pawlikowski, Görlitz. Verfahren zur Herstellung von Kunstseidefäden.

D.R.P. 237 200 Kl. 29a vom 12. XII. 1909 (gelöscht).

Es ist bekannt, den Kunstseidefaden noch naß von der Spinnspule abzuziehen und zu zwirnen, wobei indes der Faden erst auf der Zwirn-

weife gesäuert, gewaschen und getrocknet wurde. Dieses langwierige Nachbehandeln bedingt ein vielfaches Hin- und Hertransportieren der Zwirnweifen mit der unvermeidlichen Gefahr, die im übrigen mechanisch schon fertig gezwirnten Fäden zu beschädigen und auf der Weife durch das nasse Nachbehandeln durcheinander zu verwirren. Beim Abhaspeln der Fäden nach dem Nachbehandeln und Trocknen reißen nämlich die Fäden sehr oft; das Anknuten der fertig gedrehten Fäden wird aber als störender Mißstand von den Weiterverarbeitern der Seide deshalb empfunden, weil die Knotenenden (im Gegensatz zum Knoten ungezwirnter Seide mit nachfolgendem Zwirnen) ohne Verzwirnung abstehen und den Faden zum Hängenbleiben in den Maschinenösen bringen. Dieses Verfahren hat sich infolgedessen auch nicht ein führen können.

Um diese fühlbaren Übelstände zu vermeiden, wird gemäß der Erfindung die Seide in bekannter Weise auf der Spinnwalze gesäuert, gewaschen und im Naßprozeß vollständig fertiggemacht. Dann wird sie unter Abziehen von der drehbar aufgestellten Walze in einem Gang gezwirnt und sofort durch Umleiten um eine geheizte Trommel fertigtrocknet. Sie kommt also sofort von der Spinnwalze in einem Arbeitsgang fertig auf dem Haspel oder der Spule an. Das Trocknen von Kunstseidefäden im Einzellauf durch Überleiten über eine Trockentrommel ist bekannt, und zwar am Schlusse der Einzelnäßbehandlung des Fadens, wobei indes erst nach dem Trocknen von der Sammelwalze gezwirnt wurde. Der Faden ging dabei also in ungezwirntem Zustand über die Trockentrommel. Nun hat aber die Erfahrung gelehrt, daß die gallertartigen nassen Einzelfäden beim Trocknen sehr leicht und oft auf dem glatten heißen Trommelumfang ankleben und reißen, dann fortlaufend auf der Heitztrommel sich aufspulen und verloren gegeben werden müssen, noch dazu unter erheblicher Störung der übrigen richtig ablaufenden. Diesen Übelstand beseitigt das neue Verfahren dadurch, daß der Faden vor dem Auflaufen auf die Trockentrommel gezwirnt wird. Durch die vorherige Verzwirnung wird der praktisch sehr große Vorteil erreicht, daß ein durch Ankleben auf der Heitztrommel abreißender Einzelfaden wieder selbsttätig von den anderen Fäden mit aufgenommen und dem Gesamtfaden von selbst wieder einverleibt wird. Erst durch die neue Kombination der zwei einzelnen an sich bekannten, im übrigen aber unter anderen Verhältnissen angewendeten Verfahren zu dem neuen Verfahren wird der technische Fortschritt erreicht, in einem Arbeitsgang die vorher beliebig lange vorbehandelten nassen Kunstseidefäden gezwirnt trocken fertigzustellen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstseidefäden, dadurch gekennzeichnet, daß das vorher in bekannter Weise auf der Spinnspule naß vorbehandelte Garn in dem gleichen Arbeitsgang gezwirnt, auf einer Trockentrommel getrocknet und aufgespult oder aufgehaspelt wird, wobei der richtige Fadenlauf durch Reinigungswalzen hinter der Einführungs- und Abnehmerwalze gesichert werden kann. (1 Zeichnung.)

Nach Linkmeyer.**385. R. Linkmeyer.** Verbesserungen an Vorrichtungen zum Zwirnen und Aufwinden künstlicher Fäden.

Brit. P. 6357¹⁹⁰⁵; franz. P. 352 530; schweiz. P. 35 435.

Die zu verzwirrenden Fäden befinden sich in einem Spinntopf, der in einem Behälter am oberen Ende einer senkrechten Welle sitzt. Die Welle und mit ihr der Spinntopf werden in Umdrehung versetzt, und die Fäden werden durch Führungsöffnungen nach oben geleitet und dabei durch die Drehung des Spinntopfes verzwirnt. Der gezwirnte Faden wird auf Haspeln zu Strängen aufgewickelt, die dann der weiteren Behandlung unterworfen werden. (1 Zeichnung.)

Nach Spence & Sons.**386. P. Spence & Sons Limited, Manchester, Engl.** Verfahren zur Herstellung von metallähnlichen Textilfäden, Geweben u. dgl.

D.R.P. 265 204 Kl. 29b vom 12. X. 1912 (gelöscht).

Das Verfahren besteht darin, daß auf der Außenfläche und im Innern eines aus einer Kupferoxydammoniakzelluloselösung hergestellten Fadens, Gewebes od. dgl. das aus dieser Lösung stammende Kupfer ausgeschieden und niedergeschlagen wird, indem der Faden od. dgl. mit einem Reduktionsmittel behandelt wird, welches fähig ist, metallisches Kupfer niederzuschlagen, während das aus der Zelluloselösung herkommende Kupfer noch in dem betreffenden Gebilde enthalten ist. Als Reduktionsmittel wird zweckmäßig eine Lösung von Titansesquioxidsulfat verwendet.

Die so hergestellten metallähnlichen Fäden lassen sich zu den verschiedensten Zwecken verwenden. Wenn sie in ihrem kupferähnlichen Aussehen belassen und direkt verwendet werden sollen, so muß die Säure vollständig ausgewaschen und die Fäden müssen mit Natriumacetat behandelt werden, da sie sich sonst leicht oxydieren. Derselbe Zweck wird erzielt, indem man sie möglichst bald nach Herstellung mit anderen Metallen überdeckt. So kann z. B. ein derartig verkupferter Faden elektrochemisch mit Platin überzogen und alsdann ein schwer schmelzbares Metall darauf niedergeschlagen werden, oder andere Edelmetalle, wie Gold und Silber, können auf den Fäden niedergeschlagen und die Fäden dann zur Erzielung von Webereieffekten, zur Herstellung von Litzen usw. verwendet werden. Auch können die Fäden noch einer weiteren Behandlung unterzogen werden, so daß zuletzt ein aus reinem Metall oder einer Mischung solcher Metalle oder einem Metalloxyd oder einer Mischung von solchen bestehender Faden gebildet wird, der dann z. B. für elektrische Glühfadlampen Verwendung finden kann.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von metallähnlichen Textilfäden, Geweben u. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß auf und in den Fäden, welche aus einer Kupferoxydammoniakzelluloselösung hergestellt worden sind, das aus der Lösung stammende Kupfer in metallischer Form niedergeschlagen wird, indem der Faden mit einem

Reduktionsmittel behandelt wird, welches fähig ist, metallisches Kupfer niederzuschlagen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zelluloselösung in ein alkalisches Bad eingespritzt und der Faden alsdann von Alkali befreit und getrocknet wird, während er das aus der Zelluloselösung herstammende Kupfer noch enthält, worauf er mit einer 20%igen Titansesquioxidsulfatlösung behandelt, vorsichtig gewaschen und getrocknet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zuerst ein Teil des aus der Zelluloselösung stammenden Kupfers von dem Faden entfernt wird, worauf der Faden od. dgl. mit einem Reduktionsmittel behandelt und das Kupfer im Innern des Fadens niedergeschlagen wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Teil des durch das Reduktionsmittel auf dem Faden niedergeschlagenen Kupfers mittels Elektrolyse oder in anderer Weise entfernt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, um Fäden, Geweben u. dgl. stellenweise metallisches Aussehen zu geben, dadurch gekennzeichnet, daß an den gewünschten Stellen Kupferoxydammoniakzelluloselösung auf das Gebilde aufgebracht, gefällt und das darin enthaltene Kupfer mittels eines Reduktionsmittels niedergeschlagen wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1—4, dadurch gekennzeichnet, daß das erzielte metallähnliche oder metallenthaltende Gebilde mit demselben oder anderen Metallen überzogen wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Reduktionsmittel die Salze der niederen Oxyde solcher Metalle verwendet werden, welche von der entstandenen höheren Oxydationsstufe reduziert und für die Zwecke dieses Verfahrens wieder benutzt werden können.

Wiedergewinnung der bei der Herstellung künstlicher Seide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen verwendeten Chemikalien.

Nach Société générale de la soie artificielle Linkmeyer.

387. Société générale de la soie artificielle Linkmeyer, Société anonyme, Brüssel. Verfahren zur Wiedergewinnung von Kupferoxyd bei der Herstellung von künstlichen Gespinnstfasern.

D.R.P. 184 150 Kl. 29 b vom 8. IV. 1905 (gelöscht); österr. P. 35 268; franz. P. 353 187; schweiz. P. 40 614 (R. Linkmeyer und M. Pollak); brit. P. 3566¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 866 371.

Wendet man bei der Erzeugung von Kunstseidefäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung Alkalilauge als Fällungsmittel an, so wird die Lauge blau gefärbt. Diese Färbung rührt daher, daß bei der Fadenbildung aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung den Fäden ein Teil des Kupfers entzogen wird und in die Lauge übergeht. Es ist wichtig, diese Kupfermengen in einfacher Weise wiederzugewinnen und gleich so auszuscheiden, daß sie im Arbeitsverfahren direkt weiter verarbeitet werden können. Ein solches Verfahren zur Wiedergewinnung des Kupfers

bildet den Gegenstand der Erfindung. Es besteht darin, daß das Kupfer aus der alkalischen Lösung mittels Zellulose entfernt wird. Zu diesem Zwecke wird die Zellulose einfach in die Lösung eingelegt; das Kupfer schlägt sich dann vollständig auf der Zellulose nieder, und die auf diese Weise mit Kupfer beladene Faser löst sich nach Auswaschen mit Wasser sehr schnell in Ammoniak, wobei etwa fehlende Mengen Kupfer in Form von Kupferoxydammoniak dem Auflösungsbad beigegeben werden können. Infolge der vorher entstandenen Verbindung der Zellulose mit dem Kupfer des Alkalis geht die Auflösung später sehr schnell, sicher und vollständig vonstatten. Es ergibt sich ohne weiteres, daß durch dies Verfahren ein beständiger Kreislauf des Kupfers bewirkt wird, so daß nur die in den Fäden bleibenden Mengen ersetzt werden müssen.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung des Kupferoxyds in Form von Kupferoxydalkalizellulose aus den alkalischen Fällungsmitteln, welche bei der Herstellung von Kunstseidefäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen verwendet werden, dadurch gekennzeichnet, daß man in diese kupferhaltigen Fällflüssigkeiten Zellulosefasern einlegt.

Das schweiz. P. erwähnt das Erwärmen der Alkalilauge, wodurch das Ammoniak ausgetrieben und die Lauge sofort wieder benutzbar wird.

Nach Cuntz.

388. L. Cuntz. Verfahren zum Wiederbrauchbarmachen der bei der Herstellung von Zellulosegebilden verwendeten Flüssigkeiten.

Franz. P. 383 412.

Bei der Verarbeitung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen reichern sich die Fällbäder nach und nach stark mit Kupfer an. Dies Kupfer wird dadurch wiedergewonnen, daß die Bäder mit Stärke oder stärkehaltigen Samen und Früchten behandelt werden. Es können z. B. Samen verwendet werden, die von ihrem Ölgehalt befreit sind, z. B. Palmkerne und Baumwollsamensamen, ferner Getreide und Getreidehülsen, frische und trockene stärkehaltige Feldfrüchte. Auf 100 l Fällbad setzt man 1 oder mehrere Kilogramm der genannten Stoffe in gemahlenem Zustande zu und rührt mehrmals gut durch. Das Kupfer wird durch die stärkehaltigen Stoffe aufgenommen. Das in den Fällbädern noch verbliebene Ammoniak wird durch Kochen ausgetrieben und wiedergewonnen.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

389. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Wiedergewinnung des Kupfers aus den Waschwässern bei der Herstellung von künstlichen Zellulosegebilden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen.

D.R.P. 235 476 Kl. 29b vom 19. VI. 1910 (gelöscht); franz. P. 423 104; brit. P. 27 600¹⁹¹⁰; Ver. St. Amer. P. 1 049 201.

Wird aus alkalischer Kupferoxydammoniaklösung, wie sie z. B. bei der Absorption ammoniakhaltiger Gase in Waschwässern aus der Fabrikation von Zellulosegebilden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen

durch Fällen mit alkalischen Mitteln, z. B. alkalischer Zuckerlösung, und nachfolgendes Waschen mit Wasser entsteht, das Ammoniak durch einen Dampfstrom ausgetrieben, der in einer geeigneten Apparatur herabrieselnden Flüssigkeit entgegengeführt wird, so reduziert sich das darin enthaltene Kupfer zu braunem Kupferoxydul, z. T. sogar zu Kupfer. Dieses kann indessen durch Absetzen von der überstehenden Flüssigkeit nur unvollkommen getrennt werden. Es hat sich nun gezeigt, daß das Kupferoxydul oder Kupfer mit Leichtigkeit praktisch quantitativ aus den verhältnismäßig großen Wassermengen gewonnen werden kann, wenn in die den Destillationsapparaten entströmenden heißen Flüssigkeiten kleine Mengen gewisser Kolloide als solche oder mit Wasser vorher angerührt eingerührt werden. Hierdurch wird das Kupferoxydul oder Kupfer zusammengeballt. Als am billigsten und praktischsten hat sich Stärke irgendwelcher Art erwiesen. Die Wiedergewinnung des Kupfers geschieht am einfachsten so, daß die mit der Stärke versetzte Flüssigkeit durch mehrere Gruben in Kaskadenanordnung durchgeführt wird, wobei der größte Teil des Schlammes sich schon in der ersten Grube als kompakte schwammige Masse zu Boden setzt und die Flüssigkeit am Ende der weiteren Gruben klar abläuft. In die heiße, schwach alkalische, der Ammoniakdestillationskolonne entströmende Brühe, welche das Kupferoxydul in feinsten Suspension enthält, wird so viel mit kaltem Wasser zu einer Milch angerührte Stärke zufließen gelassen, daß auf etwa 10 cbm Brühe etwa 1 kg Stärke kommt. Die Mischung geschieht automatisch, indem ein Strahl in den anderen fließt. Je nach der Alkalinität der Wasser wird die Menge Stärke um ein geringes erhöht oder vermindert. Als Stärke kann Marktware geringster Sorte und irgendwelcher pflanzlichen Herkunft (z. B. Weizen-, Reis-, Palm- usw. Stärke) verwendet werden. Man läßt die Verkleisterung am besten in der angegebenen Weise in der heißen Flüssigkeit selbst vor sich gehen, da das Zusammenballen des Kupferoxyduls dann am besten und raschesten vor sich geht. Man erkennt die richtige Bemessung des Zusatzes am besten daran, daß bei einer entnommenen Probe sich der Schlamm sofort zu Boden setzt und die überstehende Flüssigkeit vollständig klar ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung des Kupfers aus den Waschwässern bei der Herstellung von künstlichen Zellulosegebilden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen, darin bestehend, daß die Waschwässer nach Abdestillation des Ammoniaks und genügender Verdünnung mit kleinen Mengen eines Kolloides, wie Stärke, versetzt werden, wonach das zusammengeballte Kupferoxydmagma durch einfaches Dekantieren von der alkalischen Flüssigkeit getrennt werden kann.

390. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Verwertung der Waschflüssigkeiten bei der Fabrikation von Zellulosegebilden nach dem Kupferverfahren.

D.R.P. 239 214 Kl. 29 b vom 19. VI. 1910 (gelöscht); österr. P. 53 098; Ver. St. Amer. P. 1 023 548; brit. P. 27 539¹⁹¹⁰; franz. P. 423 064.

Beim Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen behufs Herstellung von künstlichen Gebilden, besonders beim neuerdings üblichen

Fällen mit alkalischen Mitteln, entweicht das als Lösungsmittel entbehrlich gewordene Ammoniak. Bislang wurde es an der Entstehungsstelle durch Exhaustoren abgesaugt und in Schwefelsäure zur Absorption gebracht. Dieses Verfahren bedingte einerseits einen nicht unerheblichen Verbrauch von Schwefelsäure, andererseits aber einen weiteren von Ätzkalk u. dgl., um das gebundene Ammoniak wieder frei zu bekommen und in die Fabrikation zurückführen zu können. Daß die dabei entstehenden Mengen von Gips ein lästiges und kostspieliges Abfallprodukt der Fabrikation sind, liegt auf der Hand.

Es hat sich nun gezeigt, daß es von großem Vorteil ist, wenn an Stelle von Schwefelsäure die beim Waschen abfallenden wäßrigen Flüssigkeiten verwertet werden. Bei dem sauren Fällverfahren bestehen die Waschwässer aus Kupfersulfat, Ammoniumsulfat und freier Schwefelsäure. Werden in diese die ammoniakhaltigen Luftmengen eingeleitet, so tritt zunächst eine Neutralisation der Waschwässer ein, dann eine Bindung des Ammoniaks durch das Kupfersulfat bis zur Sättigung als Kupferammoniumsulfat. Aus der tiefblauen Flüssigkeit läßt sich durch Erhitzen der an das Kupfer gebunden gewesene Teil des Ammoniaks ohne weiteres austreiben, der andere allerdings erst nach Zusatz von Alkali oder alkalischen Erden. Das Bindungsvermögen der sauren Waschwässer kann noch weiter erhöht werden, wenn ihnen die bekannten, ebenfalls Doppelverbindungen mit Ammoniak gebenden Salze, wie z. B. Chlorkalzium, zugesetzt werden.

Das Verfahren erlangt aber eine erhöhte praktische Bedeutung, wenn alkalische Mittel zur Fällung verwandt werden, z. B. zuckerhaltige Natronlauge. Beim nachfolgenden Waschen der Fäden mit Wasser wird neben dem anhängenden oder an das Kupferzellulosemolekül gebunden gewesenen Natron unter Mitwirkung des Zuckers ein gewisser Teil des Kupfers als Kupferhydroxyd abgelöst und bleibt in der Waschflüssigkeit suspendiert. Seine Abscheidung aus diesen Laugen stößt auf Schwierigkeiten. Führt man nun diesen z. B. in einem Turm herunterfließenden alkalischen Waschflüssigkeiten die mit Ammoniak geschwängerte Luft entgegen, so wird das Ammoniak absorbiert und als Kupferoxydammoniak gebunden. Wird dann diese Flüssigkeit einem Dampfstrom in den bekannten Kolonnenapparaten entgegengeführt, so wird das Ammoniak ausgetrieben und kann durch Absorption in Wasser in den Kreislauf der Fabrikation zurückgeführt werden. Das gelöst gewesene Kupferhydroxyd fällt dabei als braunes Kupferoxydul aus. Wird dieses von der alkalischen Mutterlauge getrennt, so kann sie weiterverwendet werden zum Austreiben des Ammoniaks aus den Kupferammoniumsulfatlaugen, u. U. unter Zugabe weiteren Alkalis.

Patentansprüche: I. Verfahren zur Verwertung der Waschflüssigkeiten bei der Fabrikation von Zellulosegebilden nach dem Kupferverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß die alkalischen Waschflüssigkeiten, welche Kupferhydroxyd aufgeschlämmt enthalten, der ammoniakhaltigen Luft, welche nach dem Fällen der Kupferoxydammoniakzelluloselösung von der Entstehungsstelle abgesaugt worden ist, in geeigneten Apparaten entgegengeführt werden.

2. Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man solche kupferhaltigen Waschlösungen verwendet, die zunächst sauer reagieren und ihnen ammoniakbindende Stoffe, wie Chlorkalzium, zusetzt.

Nach J. P. Bemberg Akt.-Ges.

391. J. P. Bemberg A.-G., Barmen-Rittershausen. Gewinnung von Metallen aus Lösungen.

D.R.P. 413 690 Kl. 40a vom 18. I. 1924.

Es ist bekannt, daß sich Zellulose und zelluloseähnliche Stoffe zur Absorption von Schwermetallsalzen aus Lösungen eignen [Ptschr. 184 150 und franz. Ptschr. 383 412¹]. Die von Rohzellulose festgehaltenen Metallmengen sind aber gering. Z. B. absorbieren Rohbaumwolle oder Holzsägespäne nur bis ein Zweihundertstel ihres Gewichtes an Kupfer aus einer verdünnten klaren, ammoniakalischen Kupferlösung. Man kann nun der Zellulose eine bedeutend verstärkte Absorptionsfähigkeit verleihen, wenn man sie durch physikalische oder chemische Behandlung auflockert. Zunächst hat sich gezeigt, daß z. B. Rohbaumwolle oder Holzsägespäne durch Behandlung mit Harz, Fett oder Öl lösenden Stoffen eine Absorptionsfähigkeit erlangt, welche drei- bis fünfmal höher ist als bei unbehandelter Zellulose.

Aus einer verdünnten ammoniakalischen Kupferlösung absorbierten:

1. 10 kg nicht vorbehandelte Kiefernholzspäne 40—50 g Kupfer, dagegen nach Entfernung der Harz- und Ölbestandteile mit Äther oder Benzin 10 kg Kiefernholzspäne 200—250 g Kupfer. 2. 10 kg nicht vorbehandelte Baumwolle 30—40 g Kupfer, dagegen nach Entfernung der Harze und Fette mit Äther 10 kg Baumwolle 120—150 g Kupfer.

Weiterhin hat sich gezeigt, daß durch Behandlung mit Dampf eine erhöhte Absorptionswirkung erzielt wird, wenn die Einwirkung des Dampfes so kräftig und anhaltend ist, daß das Harz dadurch entfernt wird. Es absorbierten aus einer verdünnten ammoniakalischen Kupferlösung: 1. 10 kg Kiefernholzspäne nach der Behandlung mit Wasserdampf 100—120 kg Kupfer. 2. 10 kg Baumwolle nach der Behandlung mit Wasserdampf 80—100 g Kupfer.

In gleicher Weise wie physikalische Hilfsmittel wirken chemische Mittel, und zwar stets dann, wenn dadurch eine Auflockerung des Absorptionskörpers erzielt wird. Die für diesen Zweck in Betracht kommenden Verfahren sind naturgemäß zahlreich. Sehr günstige Erfolge wurden erzielt durch Behandlung mit Alkali und Chlorlaugen, Zinkchlorid und Kalziumchloridlösungen sowie verdünnten Säuren. Die Wirkung dieser Stoffe auf Holzsägespäne oder Baumwolle beruht bekanntlich auf einer starken Aufquellung und somit Oberflächenvergrößerung. 10 kg Lärchenholzsägespäne wurden in der Wärme der Einwirkung von 20 l konzentrierten Chlorwassers während 5—10 Minuten ausgesetzt. Nach Entfernung des Chlorwassers durch Auswaschen mit Wasser konnten damit etwa 220 g Kupfer aus einer verdünnten klaren und ammonia-

¹) Siehe S. 356 u. 357.

kalischen Kupferlösung herausgeholt werden. Das auf den Sägespänen niedergeschlagene Kupfer konnte durch Herauslösen mit verdünnter Säure restlos in Form einer kupferreichen Lösung gewonnen werden. Die Sägespäne waren für erneute Absorption in gleicher Weise befähigt. Die Operation kann endlos wiederholt werden. Die Anwendung der Sägespäne hat den erheblichen Vorteil, daß sie gleichzeitig als sehr wirksames Filter dienen, die Filtrate sind vollkommen farblos, und die Filtrationsgeschwindigkeit ist sehr groß.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Gewinnung von Metallen aus Lösungen mittels Zellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Zellulose in aufgelockertem Zustande zur Absorption der Metalle benutzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Holz-sägespäne, Baumwolle oder ähnliche Zellulose enthaltende Körper in einem von Harz, Fett oder Öl befreiten Zustande verwendet werden.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, gekennzeichnet durch Verwendung von Baumwolle, Holz-sägespänen oder ähnlichen Körpern, die mit ihr Volumen oder ihre Oberfläche vergrößernden Mitteln vorbehandelt sind.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die Flüssigkeiten durch die vorbehandelten Sägespäne oder Baumwolle filtriert.

Weitere Angaben über Kupferseide s. J. Foltzer, *Kunststoffe* 1911, S. 301—03, 329—32, 345—47, 372—74, 390—91 und H. Jentgen, ebenda 1913, S. 163—64, 186—88, 227—29.

2. Aus Lösungen von Zellulose in Chlorzinklösung.

Ebenfalls ein direktes Lösungsmittel für Zellulose ist Chlorzinklösung, auf deren Verwendung sich folgende Patente beziehen.

Nach Bronnert.

392. Dr. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Verfahren zur Herstellung von hochprozentigen Lösungen von Zellulose in konzentrierter Chlorzinklösung.

D.R.P. 118 836 Kl. 29b vom 8. VIII. 1899 (gelöscht); brit. P. 18 260¹⁸⁹⁹; österr. P. 11 066; Ver. St. Amer. P. 646 799; franz. P. 292 988.

Es ist bekannt, daß Zellulose in konzentrierter Chlorzinklösung gelöst werden kann; derartige Lösungen sind bereits mehrfach zu technischer Verwendung vorgeschlagen worden. Wynne und Powell¹⁾ wollen Zellulose in konzentriertem Chlorzink von 1,8 spez. Gew. oder entsprechenden Lösungen von anderen Zinksalzen lösen, u. U. unter Zusatz von Chloriden alkalischer Erden, wobei ausdrücklich die Notwendigkeit der gleichzeitigen Anwendung künstlicher Wärme (etwa 100° C) hervorgehoben wird. Die Verarbeitung dieser Lösungen zu Fäden soll ebenfalls in warmem Zustand geschehen. Neuerdings haben Drea per und Tom pkins²⁾ die Wynne-Powellsche Arbeitsweise aufs

1) Brit. P. 16 805¹⁸⁸⁴. — 2) Brit. P. 17 901¹⁸⁹⁷, s. S. 364.

neue empfohlen. Wenn nun auch derartige Lösungen zur Herstellung von Kohlefäden für Glühlampen tatsächlich Verwendung gefunden haben, so ist doch von einem technischen Erfolge zur Erzeugung feiner Fäden von hohem Glanze und genügender Festigkeit nichts bekannt geworden. Es ist dies nach den Erfahrungen des Erfinders auch erklärlich, wenn man die geringe Festigkeit der auf diese Weise erhaltenen Fäden in Betracht zieht. Diese geringe Festigkeit kommt einerseits daher, daß nach obigem Verfahren überhaupt nur ein geringer Prozentsatz, höchstens etwa 4%, Zellulose in Lösung gebracht werden kann, und andererseits daher, daß zur Herstellung der Lösung künstliche Wärme in Anwendung kommen muß, wobei der größte Teil der Zellulose eine tiefergreifende Zersetzung erfährt. Es ist auch vorgeschlagen worden¹⁾, die Zellulose vor der Auflösung in Chlorzink durch eine energische Vorbehandlung mit Oxydationsmitteln in Oxyzellulose überzuführen, welche dann leichter in Chlorzinklösung löslich ist. Da indessen zur Herstellung der Lösung ebenfalls künstliche Wärmezufuhr nötig ist, so treten auch hier die obengenannten Übelstände auf.

Der Erfinder hat nun die Beobachtung gemacht, daß auch Zellulose zu einem hohen Prozentsatz in Lösung gebracht werden kann, und zwar ohne Anwendung künstlicher Wärme, wenn sie vor der Lösung einer energischen Hydratierung unterworfen wird. Die Hydratierung wird derart ausgeführt, daß z. B. die Zellulose während etwa 1 Stunde mit kalter konzentrierter Natronlauge behandelt und dann von der überschüssigen Natronlauge durch Abpressen und Auswaschen mit viel Wasser befreit wird. Das derart gründlich hydratierte Material wird vor der weiteren Verarbeitung vorteilhaft noch mit schwacher Bleichflüssigkeit gebleicht. Um das Material dabei möglichst zu schonen, kommt zweckmäßig unterchlorigsaures Natron oder noch besser elektrolytische Bleichflüssigkeit von höchstens 0,2% Chlor zur Verwendung. Nach erfolgtem neuerlichen Waschen wird das Material zu einem bestimmten Prozentsatz an Wasser abgeschleudert, zerschnitten und in dieser hydratierten aufgeschlossenen Form ohne vorheriges Trocknen in konzentrierter Chlorzinklösung zur Auflösung gebracht. Es ist unter diesen Umständen ein leichtes, viskose Lösungen mit einem Gehalt von 8% und mehr Zellulose herzustellen von einer zum Spinnen bei gewöhnlicher Temperatur wohl geeigneten Konsistenz. Zur Konservierung müssen die Lösungen kühl gehalten werden. Die aus diesen Lösungen durch Austretenlassen z. B. in Säure oder wäßrige Ammoniumchloridlösung von etwa 10% gewonnenen Fäden haben nach geeignetem Trocknen schönen Glanz, gute Festigkeit und verhalten sich beim Färben wesentlich wie Zellulose (z. B. Baumwolle). Wird den nach dem beschriebenen Verfahren in der Kälte hergestellten Lösungen eine nicht zu große Menge von in Chlorzink gelöster Naturseide zugesetzt, so bleibt deren Spinnbarkeit erhalten, während größere Mengen die Spinnbarkeit aufheben.

Patentanspruch: Verfahren, die Löslichkeit von Zellulose oder Zellulosehydrat in konzentrierter Chlorzinklösung zu erhöhen, dadurch

¹⁾ D.R.P. 111 313, s. S. 254.

gekennzeichnet, daß die genannten Stoffe bei niedriger Temperatur mit konzentrierten Ätzalkalilösungen einer gründlichen Hydratierung unterworfen, darauf in üblicher Weise durch kurze Einwirkung verhältnismäßig verdünnter Bleichflüssigkeiten gebleicht, ausgewaschen, abgeschleudert und ohne vorheriges Trocknen in dieser hydratierten aufgeschlossenen Form zur Auflösung gebracht werden.

393. Dr. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Verfahren zur Herstellung von hochprozentigen Lösungen von Zellulose in konzentrierter Chlorzinklösung.

D.R.P. 118 837 Kl. 29b vom 15. V. 1900 (gelöscht), Zus. z. P. 118 836; österr. P. 11 066.

Das Verfahren des Hauptpatentes (s. vorstehend) besteht darin, daß die Zellulose zunächst durch Behandeln mit konzentrierter Ätzalkalien in der Kälte gründlich mercerisiert wird. Die entstandene, vom Überschuß von Alkali durch Abschleudern befreite Natronzellulose wird dann in viel Wasser eingetragen. Die Natronzellulose zersetzt sich hierbei in Natronlauge, die durch Waschen entfernt wird, und in Zellulosehydrat. Dieses Zellulosehydrat ist zwar an und für sich schon in Kupferoxydamoniak zu spinnfähigen Lösungen löslich, indessen wird die Löslichkeit nicht unerheblich noch weiter gesteigert, wenn man auf die Hydratierung noch eine vorsichtige Behandlung mit verdünnter, am besten elektrolytischer Bleichflüssigkeit folgen läßt.

Die Erfahrung hat nun gezeigt, daß man mit gleichem Erfolge die Behandlung des Zellulosematerials mit schwacher Bleichflüssigkeit auch vor der Hydratierung vornehmen kann, wenn nur vorerst mit schwacher Sodalösung unter Druck in der für Baumwolle allgemein üblichen Weise entfettet worden war. Diese Abänderung des Verfahrens des Hauptpatents hat den Vorteil, daß das aufgeschlossene Material im höchsten Grade homogen ist und sich sofort in der Chlorzinklösung zu gut spinnfähigen Lösungen löst. Die daraus erzeugten Fäden verhalten sich Farbstoffen gegenüber wie reine Zellulose, z. B. Baumwolle. Als Bleichflüssigkeit kommt auch hier vorzugsweise schwache, etwa 2 g Chlor im Liter enthaltende elektrolytische Flüssigkeit während etwa $\frac{1}{2}$ —1 Stunde bei gewöhnlicher Temperatur zur Verwendung. Bei genügender Verdünnung können in diesem Falle jedoch auch andere Bleichmittel, wie Wasserstoffsuperoxyd, andere Superoxyde u. dgl., gebraucht werden. Das aufgeschlossene Material wird nach gutem Waschen und Abschleudern ohne vorheriges Trocknen bei niedriger Temperatur unter Kneten in konzentrierter Chlorzinklösung gelöst.

Patentspruch: Abänderung in dem Verfahren des Hauptpatents 118 836, darin bestehend, daß die Auflösung der Zellulose in konzentrierter Chlorzinklösung behufs Herstellung von spinnbaren Lösungen derart geschieht, daß die Zellulose zunächst durch Behandeln mit schwacher Alkalilösung entfettet, dann unter Vermeidung von Oxydation schwach gebleicht, hierauf mit kalter konzentrierter Ätzalkalilösung gründlich mercerisiert, schließlich mit viel Wasser gewaschen, abgeschleudert und dann sofort ohne vorheriges Trocknen in der Kälte in konzentrierter Chlorzinklösung gelöst wird.

Nach Dreaper und Tompkins.

394. W. P. Dreaper, Braintree, und H. K. Tompkins, West Dulwich (England). Verfahren zur Herstellung von Gewebefasern aus Zellulose, welche als Ersatz für Seide dienen sollen.

D.R.P. 113 786 Kl. 29b vom 3. V. 1898 (gelöscht); brit. P. 17 901¹⁸⁹⁷; Ver. St. Amer. P. 625 033.

Gereinigte Zellulose wird in einer basischen Lösung von Zinknitrat, Zinkchlorid oder von einem geeigneten anderen Zinksalz oder auch von mehreren solcher Salze aufgelöst; die Zinksalzlösungen haben vorteilhaft ein spez. Gew. von 1,85 und sind auf etwa 90° C erwärmt; außerdem sind sie mit einer geringen Menge eines Barium-, Strontium- oder Kalziumsalzes versetzt, zu dem Zweck, die Auflösung der Zellulose zu regeln und die Stärke der hinterher ausgefällten Fasern oder Fäden zu erhöhen. Diese Lösung wird darauf sorgfältig filtriert, und die Luftblasen werden aus ihr durch Kochen im Vakuum entfernt. Die so behandelte Lösung wird bei einer Temperatur unter 70° C durch ein Mundstück mit einem oder mehreren feinen Löchern in eine Flüssigkeit hineingepreßt, wie z. B. in Brennspritus oder mit Methylalkohol denaturierten Spiritus oder in Aceton, welche Flüssigkeit die Zellulose in Form eines ununterbrochenen Fadens ausscheidet und die Reagenzien ganz oder teilweise löst. Die so gebildeten Fasern werden auf Trommeln oder Winden zweckmäßig unter Streckung aufgenommen. Die vollständige Beseitigung der Reagenzien ist notwendig und kann durch weiteres Waschen der Fasern in der Fällflüssigkeit oder in Wasser oder in beiden bewirkt werden, wobei die Fasern auf der Trommel oder in Strähnen nach dem Abnehmen von den Trommeln sich befinden können. Die Fasern werden dann getrocknet, was mit recht gutem Erfolge geschehen kann, solange die Fasern sich in einem gestreckten Zustande befinden. Die Fasern können gefärbt, geglättet oder wasserdicht gemacht werden, was in der gewöhnlichen Weise wie bei der Behandlung von Seide oder Baumwolle in Strangform oder in gewebtem Zustande geschieht. Es hat sich als sehr vorteilhaft erwiesen, die Farbe bereits der Zelluloseflüssigkeit vor der Faserformung zuzusetzen. Dadurch wird in ökonomischer Weise eine gleichmäßige Färbung erzielt gegenüber der Strangfärbung; die praktischen Versuche haben dies bestätigt; außerdem wird der Glanz der Faser nicht vermindert. Die Fasern wasserdicht zu machen, kann dadurch erreicht werden, daß man zu der Zelluloselösung geeignete Stoffe zusetzt, wodurch eine größere oder geringere Unlöslichkeit beim Trocknen oder bei der nachfolgenden Behandlung erzielt wird. So kann man z. B. Gelatine in dem Verhältnis von etwa 5 auf 100 Gewte. Zellulose zu der Lösung zusetzen und nach der Bildung der Fasern diese Gelatine in irgendeiner bekannten Weise, z. B. mit Hilfe von Formaldehyd, unlöslich machen. Bei den Versuchen für vorliegende Erfindung hat es sich gezeigt, daß die in beschriebener Weise hergestellten und behandelten Fasern nach der kombinierten Anwendung von Druck und Hitze ihre Form und Lage beibehalten und daher zur Verwendung an Stelle der in der Kreppfabrikation u. dgl. verwendeten Seide (gum silk) und an Stelle von Haar bei der Herstellung von Perücken u. dgl., wofür

die angegebene Eigenschaft notwendig ist, benutzt werden können. Um feinere und weichere Produkte zu erzielen, ist es empfehlenswert, die Zelluloselösung durch eine Form zu pressen, welche eine Gruppe sehr feiner Öffnungen enthält und die Fasern jeder Gruppe miteinander zu vereinigen und zusammen zu zwirnen und so einen zusammengesetzten Faden zu erzeugen; auf diese Weise wird es möglich, die äußerst feinen Fäden aufzuspulen, ohne sie zu zerreißen. In dieser zusammengesetzten Form sind die Fäden als Ersatz für die weiche Seide (welche z. B. durch Abkochen besonders weich gemacht ist) geeignet; hierbei können solche Fäden für sich benutzt werden, auch kann man sie mit Fäden aus anderem Stoff gemeinschaftlich verwenden, um eine gewünschte Wirkung zu erzielen. Um wirtschaftlich zu arbeiten, ist es erforderlich, den Spiritus und die Lösungsmittel wieder zu gewinnen, zu welchem Zweck der Spiritus aus den Wasch- und Fällflüssigkeiten bei möglichst niedriger Temperatur abdestilliert wird. Wurde Zinkchlorid als Lösungsmittel angewendet, so wird die zurückbleibende Flüssigkeit in einem offenen Behälter erhitzt, bis sie einen Siedepunkt von ungefähr 140°C erlangt hat. Hierauf fügt man allmählich eine Lösung von Zinkchlorid hinzu oder leitet Chlor durch die Flüssigkeit, bis der organische Stoff oxydiert ist, worauf die Zinkchloridlösung wieder zur Behandlung neuer Mengen Zellulose bereit ist. Wurde Zinkjodid oder -bromid angewendet, so verfährt man in analoger Weise. Bei Benutzung von Zinknitrat wird die Flüssigkeit bis zur Trockne eingedampft und der Rückstand so hoch erhitzt, daß der organische Stoff zerstört wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Fasern, welche als Ersatz für Seide dienen sollen, dadurch gekennzeichnet, daß man Zellulose in basischer Zinksalzlösung, die zweckmäßig Erdalkalimetallsalz enthält, auflöst, diese Lösung alsdann durch feine Öffnungen in eine Fällflüssigkeit eintreibt, die so erzeugten Fäden oder Fasern auf eine Winde oder Trommel aufwindet und sie unter erheblicher Streckung trocknet.

Nach Tompkins und Crombie.

395. H. K. Tompkins und W. A. E. Crombie, London. Herstellung von Fäden aus Zelluloselösungen.

Brit. P. 28 712¹⁹⁰⁴.

Hydrozellulose wird durch Waschen mit Wasser von Säure befreit und feucht in Chlorzinklösung aufgelöst, deren spez. Gew. mit dem Wasser der Hydrozellulose 1,88 beträgt. Auf diese Weise können 20% ige Zelluloselösungen erhalten werden. Die Lösung wird aus engen Öffnungen in Holzgeist eingepreßt, und zwar in der Weise, daß die Spinnröhre von einer an ihrem oberen Ende luftdicht schließenden, in der Höhe verschiebbaren weiteren Röhre umgeben ist, welche in die Fällflüssigkeit eintaucht. Zwischen dem unteren Ende der äußeren Röhre und der Spitze der Spinnröhre bildet sich ein von Methylalkoholdämpfen erfüllter Raum, wodurch auf dem austretenden Strahl sofort eine Fällung von Zellulose erzeugt wird. Das Gewicht des Fadens wirkt streckend

und verfeinernd¹⁾, und der nur mit Dämpfen erfüllte Raum zwischen Spinnöffnung und Flüssigkeitsspiegel verhindert Beschädigungen des Fadens, die bei Bewegungen des Fällbades eintreten könnten.

Nach Werner.

396. W. A. P. Werner, London. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden.

Brit. P. 1850¹⁹⁰¹; Ver. St. Amer. P. 697 580.

Gereinigte Zellulose wird in einer Lösung von basischem Zinknitrat, -chlorid oder einem anderen geeigneten Zinksalz von 1,8 spez. Gew., der u. U. noch Kalziumnitrat oder -chlorid zugesetzt ist, bei 90° C gelöst und die filtrierte Lösung durch Öffnungen in Gefäße ausgepreßt, welche je eine in Methylalkohol oder einer anderen Fällflüssigkeit aufrecht stehende Spule enthalten. Ist die Spule vollgewickelt, so wird sie herausgenommen, gewaschen und in geeigneter Weise getrocknet. Vor der Fadenbildung können der Lösung Farbstoffe oder Beizen zugesetzt werden, auch Gelatine, die dann durch die bekannten Mittel wasserfest gemacht wird. Der Apparat zur Fadenerzeugung besteht aus einem Gefäß zur Aufnahme der Lösung, welches von einem Wassermantel umgeben ist, damit die Lösung auf bestimmter Temperatur erhalten wird. Seitlich über dem Boden des Gefäßes, unterhalb eines Filters befinden sich Hähne mit Bohrungen von der Größe des zu bildenden Fadens. Druckluft treibt die Lösung durch die geöffneten Hähne, die austretenden Flüssigkeitsfäden fallen in darunter liegende Behälter mit der Koagulierungsflüssigkeit, die in kreisende Bewegung versetzt sind, so daß sich die Fäden um die in den Behältern stehenden Spulen herumlegen.

Die Patentschrift enthält mehrere Zeichnungen.

Nach Dreaper.

397. W. P. Dreaper, Felixstowe. Verbesserung in der Herstellung von Fäden aus Zellulose.

Brit. P. 858¹⁹⁰⁸.

Es handelt sich um die Herstellung von Fäden aus Lösungen von Hydrozellulose in Chlorzinklösung. Zellulose wird durch Behandlung mit Natronlauge der bei der Mercerisierung üblichen Stärke in Hydrozellulose übergeführt. Um eine Oxydation zu vermeiden, wird nicht gebleicht. Die Hydrozellulose wird möglichst von Wasser befreit oder bei geeigneter Temperatur getrocknet. Zur Herstellung der Hydrozellulose kann auch Chlorzinklösung von etwa 10° Tw. verwendet werden, der Säure zugesetzt ist und die warm zur Einwirkung gelangt. Vorher oder nachher kann gebleicht werden. Die Lösung der Hydrozellulose in Chlorzink wird im Vakuum bei geeigneten Temperaturen behandelt, um Luftblasen zu entfernen, und filtriert. Gefällt wird mit Kali- oder Natronlauge, der Ammoniumchlorid und Ammoniak oder andere die Fällung von Zink verhindernde Stoffe zugesetzt sein können. Auch Lösungen von Salzen können benutzt werden, z. B. angesäuerte Natrium-

¹⁾ Vgl. das Streckspinnverfahren von Thiele, S. 191 u. f.

sulfatlösung oder Alkohol und Wasser. Nach der Fällung werden die Fäden mit einer mercerisierend wirkenden Lösung behandelt, z. B. Natronlauge von 30° Bé, wobei sie in geeigneter Weise gehalten oder auch gestreckt werden. Danach wird gewaschen und getrocknet, vorteilhaft unter vermindertem Druck im teilweisen Vakuum. Die Chlorzinklösung wird während des Auflörens deutlich sauer gehalten und vor dem Verspinnen durch Zusatz von z. B. Zinkoxyd basisch gemacht.

Nach Müller und Wolf.

398. C. A. Müller und D. Wolf. Verfahren zur Behandlung und Verwendung pflanzlicher Fasern.

Franz. P. 443 133; brit. P. 10 430¹⁹¹².

Die durch Kochen mit Seife und Alkalien gewonnene Bastfaser der Hopfenstengel wird gebleicht, gewaschen und in Chlorzink unter Kochen gelöst. Die erhaltene Lösung wird versponnen, u. U. nach Zusatz von Chlorkalzium. Das Auflösen der Hopfenzellulose soll sehr schnell gehen, und es soll kein Rückstand bleiben.

Nach Ogawa, Okubo und Murata.

399. W. Ogawa, S. Okubo und I. Murata, Tokio, Japan. Zelluloselösungen.

Brit. P. 122 527; franz. P. 489 330.

Eine Chlorzinkzelluloselösung wird erhalten durch Auflösen von Zellulose in hochkonzentrierter Chlorzinklösung, die auf annähernd 100° C erhitzt ist. Die Chlorzinklösung wird erhalten durch Zusatz festen Chlorzinks zu einer gesättigten Lösung unter 40° C und Erhitzen auf 40° C oder höher zur Erzielung vollständiger Lösung.

3. Aus Viskose.

An die Herstellung künstlicher Seide aus Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak- oder Chlorzinklösungen schließt sich die Herstellung aus dem als „Viskose“ bezeichneten wasserlöslichen Zellulosexanthogenat an. Sie hat sich als technisch höchst wichtig erwiesen und kann auch weiter als aussichtsreich gelten. Es seien zunächst die auf die Herstellung des Zellulosexanthogenats, seine Reinigung und und Haltbarmachung bezüglichen Patente angeführt.

Herstellung und Behandlung der zur Erzeugung künstlicher Seide dienenden Viskose.

Nach Cross, Bevan und Beadle.

400. Ch. Fr. Cross, Ed. J. Bevan und Cl. Beadle, London. Herstellung eines in Wasser löslichen Derivats der Zellulose, genannt „Viskoid“.

D.R.P. 70 999 Kl. 8 vom 13. I. 1893 (gelöscht); brit. P. 8700¹⁸⁹².

Es ist bekannt, daß Zellulose auf verschiedene Weise in Lösung gebracht werden kann, daß sie aber dabei in den meisten Fällen chemisch so vollständig verändert wird, daß an eine Wiederabscheidung mit ihren

ursprünglichen Eigenschaften nicht gedacht werden kann. Nur bei Verwendung einer ammoniakalischen Lösung von Kupferoxyd gelingt dies, und es haben daher Lösungen von Zellulose in diesem Reagens technische Verwendung gefunden. Diese Verwendung ist indessen beschränkt, weil für die meisten Zwecke entweder der Preis des Lösungsmittels zu hoch oder die Gegenwart von Kupfer in der Lösung unzulässig ist.

Es wurde nun ein neues Verfahren zur Lösung von Zellulose und ihrer Wiederabscheidung ohne wesentliche chemische Veränderung gefunden, welches billig ist und ein zu mannigfaltigster Verwendung geeignetes Produkt liefert. Ausgangsprodukt des neuen Verfahrens bildet das wohlbekannte Produkt, welches bei der Einwirkung kaustischer Alkalien auf Zellulose, der sog. Mercerisation, entsteht und eine gequollene, durchscheinende Masse bildet, welche aus der Zellulose durch Aufnahme von Alkali und Wasser entstanden ist. Dieser Stoff nun wird durch die Einwirkung von Schwefelkohlenstoff weiter verändert, indem er durch dessen Aufnahme noch sehr erheblich weiter anschwillt, schließlich vollkommen gelatiniert und alsdann in Wasser löslich wird. Die wäßrige Lösung besitzt eine gelbliche Farbe und ist außerordentlich schleimig. Aus dieser Lösung kann die Zellulose wieder mit ihren ursprünglichen Eigenschaften abgeschieden werden.

Im nachstehenden ist das Verfahren, derartige Lösungen herzustellen, beschrieben. Als Rohstoff wird Zellulose in irgendeiner ihrer vom Pflanzenreich dargebotenen Formen angewendet. Man imprägniert sie mit einer Natronlauge vom spez. Gew. 1,15, welche 15% Natriumhydroxyd enthält. Man entfernt den Überschuß an Lauge durch Auspressen oder Ausschleudern und bringt das feuchte Gut, welches alsdann das Drei- bis Vierfache seines Gewichtes an Lauge und somit etwa 40–50% an Alkali enthält, in ein geschlossenes Gefäß mit Schwefelkohlenstoff, dessen Menge etwa 30–40% des angewendeten Guts betragen soll. Die Reaktion vollzieht sich bei gewöhnlicher Temperatur in 3–4 Stunden. Der Inhalt der Gefäße kann alsdann in Wasser gelöst werden, wobei kräftiges Rühren erforderlich ist. Die erhaltene äußerst schleimige Lösung enthält außer der entstanden wasserlöslichen Verbindung der Zellulose noch die durch Wechselwirkung von Alkali und Schwefelkohlenstoff entstandenen Produkte. Ihre Gegenwart ist für die meisten Zwecke gleichgültig, sie können indessen durch die weiter unten angegebenen Mittel beseitigt werden. Aus der erhaltenen Lösung kann die Zellulose wieder in unlöslicher Form durch die nachfolgenden Mittel abgeschieden werden: 1. durch die freiwillige Zersetzung der Lösung, welche nach einiger Zeit regelmäßig eintritt; 2. durch Erhitzen auf 80 bis 100° C; 3. durch Oxydation; diese wird aber schon durch den Sauerstoff der Luft bewirkt. Gießt man eine Schicht der Lösung auf eine ebene Unterlage, z. B. eine Glasplatte, und läßt sie durch Erwärmung eintrocknen, so bleibt eine durchsichtige Haut von Zellulose zurück, welche noch die mit eingetrockneten Salze enthält, von denen sie durch Waschen mit Wasser und verdünnten Säuren befreit werden kann. Sie kann dann von der Unterlage abgelöst werden und erweist sich in ihrem gesamten chemischen Verhalten als identisch mit Zellulose.

Wenn es erforderlich erscheinen sollte, eine von den Nebenprodukten der Löslichmachung mehr oder weniger freie Zelluloselösung zu verwenden, so gelingt die Herstellung einer solchen durch Anwendung eines der nachfolgenden Reinigungsverfahren: 1. Die rohe Lösung kann mit einer schwachen Säure, z. B. Kohlensäure, Essigsäure, Milchsäure, angesäuert und der dadurch in Freiheit gesetzte Schwefelwasserstoff durch Einblasen eines Luftstromes entfernt werden; 2. durch Zusatz einer wäßrigen Lösung von Schwefeldioxyd oder Natriumbisulfit wird die vorhandene Natriumschwefelverbindung in unschädliches Thiosulfat und andere farblose Salze übergeführt und gleichzeitig die Lösung gebleicht; 3. endlich kann auch die wasserlösliche Zelluloseverbindung als solche entweder durch Kochsalzlauge oder durch starken Alkohol aus ihrer rohen wäßrigen Lösung gefällt, durch Waschen mit dem Fällungsmittel und Abpressen von der Mutterlauge befreit und dann aufs neue in reinem Wasser gelöst werden. Bei Verwendung von reiner Rohzellulose, wie sie z. B. als gebleichter Flachs, gebleichte Baumwolle oder Ramiefaser zu Gebote steht, gelingt es, durch das vorstehende Verfahren eine vollkommene Lösung zu erhalten. Werden dagegen die in der Natur vielfach vorkommenden unreinen Zellulosen angewendet, so bleibt die Nichtzellulose ungelöst. So erhält man z. B. bei der Behandlung von Stroh oder Esparto nach vorliegendem Verfahren einen Brei, der ein inniges und für manche Zwecke verwendbares Gemisch aus gelöster Zellulose und anderen Gewebeelementen darstellt. Bei Verwendung von Kalilauge statt Natronlauge ist das Endergebnis des Verfahrens dasselbe. Das wasserlösliche Derivat der Zellulose, welches in den nach dem neuen Verfahren erhaltenen Lösungen enthalten ist und aus ihnen auch, wie angegeben, abgeschieden werden kann, wird wegen seiner Fähigkeit, äußerst schleimige Lösungen zu liefern, als „Viskoid“ bezeichnet.

Patentanspruch: Die Herstellung eines wasserlöslichen Derivates der Zellulose durch gleichzeitige Behandlung oder durch die aufeinanderfolgenden Behandlungen der Zellulose mit wäßriger Alkalilauge und mit Schwefelkohlenstoff bei niedriger Temperatur.

Nach Cross.

401. Ch. Fr. Cross, London. Herstellung eines in Wasser löslichen Derivates der Zellulose, genannt „Viskoid“, gemäß Patent Nr. 70 999.

D.R.P. 92 590 Kl. 12 vom 21. XI. 1896 (gelöscht); brit. P. 4713¹⁸⁹⁶.

Ein Übelstand bei der Verwendung des „Viskoid“ genannten Thiokarbonats der Zellulose, welches nach dem Patente 70 999 (s. vorstehend) hergestellt wird, besteht darin, daß die Lösung einen verhältnismäßig hohen Gehalt an Alkali und Schwefelverbindungen besitzt. Dieser Übelstand rührt daher, daß zur Herstellung des Thiokarbonats auf 1 Mol. Zellulose 2 Mol. Natriumhydroxyd erforderlich sind, entsprechend $C_6H_{10}O_5 : 2 NaOH : CS_2$.

Das vorliegende Verfahren bezweckt, die Menge des zur Herstellung des Zellulosethiokarbonats notwendigen Alkalis zu verringern, und er-

reicht dies dadurch, daß die Zellulose vor der Einwirkung des Alkalis einer Behandlung mit verdünnten Säuren bei höherer Temperatur (100–140°) unterworfen wird. Bei Benutzung einer so vorbereiteten Zellulose ist nur die Hälfte der bei dem älteren Verfahren erforderlichen Menge von Reagenzien notwendig, indem das Verhältnis der Reagenzien wie folgt ausgedrückt wird: $2 \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5 : 2 \text{NaOH} : \text{CS}_2$. Die Lösung „Viskoid“, welche durch Behandlung der mit Säuren vorbereiteten Zellulose mit Natriumhydroxyd und Schwefelkohlenstoff erhalten wird, besitzt die gleichen Eigenschaften wie die nach Patent 70 999 erhaltene. Die große Verminderung des Gehaltes an Alkali und Schwefel erleichtert aber die Anwendung des Produktes für viele Zwecke, welche bei dem Alkali- und Schwefelgehalte des früheren Produktes ausgeschlossen waren. Die Vorbereitung der Zellulose zur Herstellung des Thiokarbonats nach dem Patente 70 999 kann in folgender Weise ausgeführt werden.

1. Die faserige Zellulose (Halbstoff, Ganzstoff, Lumpen, Papier usw.) wird mit verdünnten Säuren (2% HCl oder H_2SO_4) einige Stunden gekocht; oder auch, die wäßrige Säure wird zum Sieden erhitzt und die Zellulose unter stetigem Umrühren zugegeben, bis sie in die spröde Modifikation übergegangen ist.
2. Die Zellulose wird mit der verdünnten Säure (2% HCl) getränkt, sodann gepreßt oder in einer Schleudermaschine von der überschüssigen Flüssigkeit befreit. Sie wird jetzt bei einer Temperatur von 60–80° getrocknet. Das Trocknen wird in der Weise vorgenommen, daß das Gut in gleichmäßigem Zustande gehalten wird. Während des Trocknens geht die Zellulose in die spröde Modifikation über.
3. Die Zellulose wird in einem Digestor mit dem fünffachen Gewicht verdünnter Säure (1% H_2SO_4 oder 0,5% HCl) bei hoher Temperatur (120–140°) kurze Zeit digeriert. Das Produkt wird ausgewaschen, um es von zurückbleibender Säure zu befreien, und so lange gepreßt, bis der Wassergehalt auf 40–60% gesunken ist. Die Masse wird dann auf Alkalizellulose verarbeitet. Hierbei ist zu beachten, daß die Zusammensetzung der mit Schwefelkohlenstoff in Reaktion zu bringenden Alkalizellulose vorteilhaft den folgenden Grenzen entspricht: Zellulose 40–50%, Natronhydrat 10–12%, Wasser 50–38%. Die Natronlauge wird in entsprechender Menge und Konzentration je nach dem Wassergehalte der wie vorstehend beschrieben behandelten Zellulose zugegeben. Die Masse wird dann in einem Kollergang oder in einer Mühle zermahlen, bis ein Produkt von gleichmäßiger Zusammensetzung erhalten wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zellulosethiokarbonat gemäß dem durch das Patent 70 999 geschützten Verfahren, dadurch gekennzeichnet, daß die Zellulose zunächst mit verdünnten Säuren bei Temperaturen bis 140° behandelt wird, daß nur die Hälfte der nach dem Patent 70 999 notwendigen Menge Natriumhydroxyd und Schwefelkohlenstoff so zur Überführung in das „Viskoid“ genannte Produkt erforderlich ist.

Über die Umwandlung von Natronzellulose aus nicht mit Säure behandelter Zellulose, die auf 100 T. Zellulose höchstens 36 T. Ätznatron enthält, vgl. Lilienfeld, D.R.P. 262 868 Kl. 12o vom 25. I.

1911 (gelöscht); franz. P. 439 040; brit. P. 1378¹⁹¹²; Ver. St. Am. P. 1 355 985.

Nach Cross und Bevan.

402. Ch. Fr. Cross und Ed. Bevan. Behandlung faseriger Zellulose zur Herstellung hydratisierter Derivate.

Franz. P. 499 717; D.R.P 364 563 Kl. 55b vom 5. I. 1921; brit. P. 126 174 vom 17. V. 1918.

Die Zellulose (Baumwolle, Flachs, Hanf, Jute, Holzzellulose usw.) wird mit dem doppelten Gewicht 9% iger Natronlauge getränkt und zusammen mit 15% Schwefelkohlenstoff vom Gewicht der Zellulose 6—10 Stunden in einem geschlossenen Behälter sich selbst überlassen. Dann wird mit Wasser oder gesättigter Salzlösung gewaschen, um das Alkali zu entfernen, welches wiedergewonnen werden kann.

Nach Viscose Syndicate Ltd.

403. Viscose Syndicate Limited, London. Verfahren zur Reinigung von Viskose.

D.R.P. 133 144 Kl. 8i vom 31. III. 1901 (gelöscht).

Das Verfahren beruht auf der Beobachtung, daß das Natrium- und andere Salze der Zellulosexanthogensäure durch schwache Säuren, wie Essig-, Milch-, Ameisensäure usw., bei gewöhnlicher Temperatur nicht zersetzt werden. Man kann also die Viskose mit überschüssiger Essigsäure oder anderen schwachen Säuren behandeln, ohne die Zelluloseverbindung im geringsten zu zersetzen. Andererseits werden die alkalischen Verunreinigungen durch die Säuren einfach zersetzt, indem das Alkali in das essigsäure Salz übergeführt wird und Kohlensäure, Thio-kohlensäure und Schwefelwasserstoff frei gemacht und leicht entfernt werden können. Wird die Lösung der Zelluloseverbindung außer mit der schwachen Säure auch mit einem neutralen, wasserentziehenden Mittel, z. B. Kochsalz, Alkohol usw. behandelt, so erhält man das Natriumzellulosexanthogenat als Niederschlag. Da der Niederschlag in saurer Lösung gebildet wird und daher von sonst der Zellulose beigemischten Alkalien frei ist, so besitzt er eine lederartige, nicht schleimige Beschaffenheit und ballt sich beim Schleudern oder Pressen nicht zusammen. Das Produkt kann also leicht von der Mutterlauge getrennt werden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Reinigung von Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man das Rohprodukt aus der Einwirkung von Ätzkali und Schwefelkohlenstoff auf Zellulose mit schwachen Säuren, wie Essig-, Milch-, Ameisensäure, im Überschuß behandelt.

2. Ausführungsform des unter 1. geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß man das Rohprodukt mit schwachen Säuren im Überschuß und einem neutralen, wasserentziehenden Mittel behandelt und das gefällte Salz der Zellulosexanthogensäure wieder löst.

Nach Société française de la Viscose.

404. Société française de la Viscose, Paris. Verfahren zum Entfernen von Luft und Schwefelkohlenstoff aus Viskose unter Anwendung eines luftverdünnten Raumes.

D.R.P 163 661 Kl. 29b vom 2. III. 1904 (gelöscht); brit. P. 5286¹⁹⁰⁴; franz. P. 340 690; österr. P. 19 041; schweiz. P. 30 768; Ver. St. Amer. P. 767 421.

Die zur Herstellung von Fäden und Häutchen bestimmte Viskose und selbst die in kompakter Form befindliche muß von jeder Spur in Suspension befindlicher Luft und in Lösung gehaltenen freien Schwefelkohlenstoffes frei sein. Denn beim Spinnen der Viskose reißt z. B. der

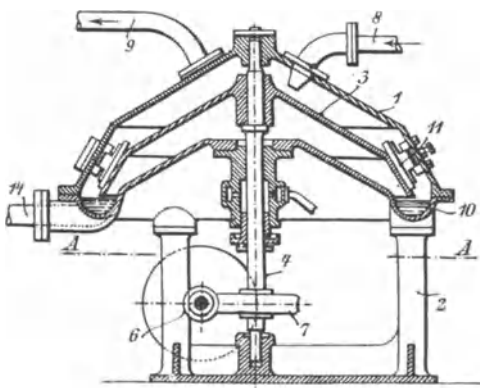


Fig. 200.

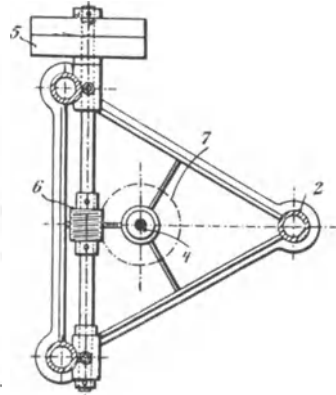


Fig. 200 a.

Faden am Rand der Spinndüse beim Austritt von Luftblasen oder Blasen von sulfokohlensaurem Gas in dem Fixierbad ab. Man hat nun bereits die in Suspension befindliche Luft in der Weise aus der Viskose entfernt, daß man letztere der Saugwirkung einer Luftpumpe ausgesetzt hat¹⁾. Die Viskose ist jedoch ein zähklebriger Stoff, aus dem, wenn man ihn z. B. der Ansaugung einer Pumpe unterwirft, die gesamte im Innern der Masse enthaltene Luft nicht ohne weiteres herausgesaugt werden kann. Die Entfernung aller Gase gelingt aber dann vollkommen, wenn man die Viskose in sehr dünner Schicht verteilt und sie in diesem Zustande einer Art Durchknetung unterwirft, damit sozusagen alle Moleküle der Viskose in einem gegebenen Augenblick an die Oberfläche der Schicht gelangen, und damit die gesamte in der Masse eingeschlossene Luft oder der gesamte Schwefelkohlenstoff durch die Pumpe herausgesaugt werden kann.

Das den Gegenstand der Erfindung bildende Verfahren besteht darin, daß man die Einwirkung des Vakuums auf die zu behandelnde Viskose in einem zweckmäßig konisch ausgebildeten Behälter vornimmt, der einen drehbaren Kegel und knetend wirkende Spatel enthält. Durch diese Verfahrensweise erreicht man eine wirtschaftliche, einfache, rasche

¹⁾ Brit. P. 1020¹⁸⁹⁸.

und vollständige Entfernung der Luft und des Schwefelkohlenstoffes aus der Viskose.

Der Apparat, in dem die Viskose gemäß der Erfindung behandelt wird, ist in einer Ausführungsform auf den Zeichnungen dargestellt. Fig. 200 ist ein Querschnitt des Apparates, Fig. 200a ein Schnitt nach der Linie A-A der Fig. 200, und Fig. 201 eine Einzelheit. Der Apparat besteht aus einem konischen Behälter 1, der auf 3 Füßen 2 ruht. Im Innern des Behälters kann sich ein Kegel 3 aus poliertem Stahl z. B., der auf einer Welle 4 aufgekeilt ist, drehen. Die Welle 4 wird von außerhalb z. B. durch eine Riemenscheibe 5 und einen Schneckenantrieb 6 und 7 getrieben. Der obere Teil des Behälters ist mit 2 Rohren versehen, von denen das eine 8 die Viskose zuführt, während das andere mit einer Vakuumpumpe in Verbindung steht. Wenn ein gutes Vakuum den im Apparat hergestellt ist, öffnet man den Hahn des Rohres 8, das mit dem Viskosebehälter in Verbindung steht. Man setzt den Kegel 3 mit einer Geschwindigkeit von ungefähr 6 Umdrehungen in der Minute in Bewegung. Die aus dem Rohr eintretende Viskose verteilt sich in sehr dünner Schicht über dem Kegel und fließt infolge der Flieh- und Schwerkraft zu dem unteren Teil des beweglichen Kegels. Bevor sie schließlich in die Rinne 10 gelangt, wird sie noch durch die Spatel 11 gegen den Kegel 3 angepreßt. Der Flüssigkeitszufluß wird derart geregelt, daß in die Rinne 10 nur eine vollständig von jeder Spur Luft und Schwefelkohlenstoff befreite Viskose hingelangt. Eine Stellschraube 12 (Fig. 201) gestattet, von außen dem Spatel mehr oder weniger Spannung zu erteilen. Ein Schauloch 13 gestattet, die Tätigkeit des Apparates zu regeln. Von der Rinne 10 fließt die Viskose in einen luftleeren Behälter, der mit dem Behälter 1 durch das Abblrohr 14 in Verbindung steht. Die Reinigung des Apparates kann ohne Demontierung erfolgen. Es genügt vollständig, eine genügende Menge Wasser unter Druck durch das Rohr zu treiben und dem beweglichen Kegel eine rasche Umdrehungsbewegung zu erteilen. Die Washwässer werden durch komprimierte Luft aus dem Apparat gedrückt.

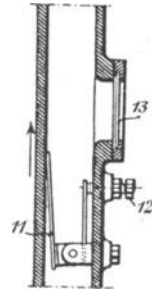


Fig. 201.

Patentanspruch: Verfahren zum Entfernen von Luft und Schwefelkohlenstoff aus Viskose unter Anwendung eines luftverdünnten Raumes, dadurch gekennzeichnet, daß man die Viskose unter gleichzeitiger Einwirkung des Vakuums in dünner Schicht über einen innerhalb eines zweckmäßig konisch ausgebildeten Behälters sich drehenden Kegel fließen läßt und dabei der knetenden Einwirkung von Spateln aussetzt.

405. Société française de la Viscose. Kocher für die Behandlung von Viskose.

Franz. P. 339 564; brit. P. 2357¹⁹⁰⁴.

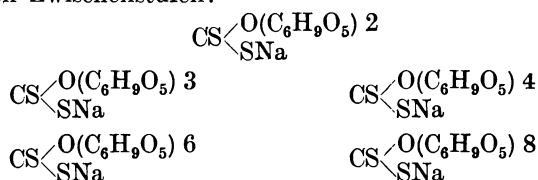
Der Kocher besteht aus einem offenen, halbkugelförmigen Kessel, der in einem Wasserbade erhitzt wird. Das Wasserbad hat eine Ein-

richtung, das Wasser stets in Umlauf zu halten, und einen Temperaturregler. Um eine möglichst gleichmäßige Temperatur in der erhitzten Masse zu erhalten und sie gut zu zerkleinern, bewegt sich in dem Kessel an einer senkrechten Welle ein Rührwerk mit drei übereinander angeordneten, zwischen sich Winkel von 120° lassenden Schabern, deren Enden der Kesselwandung entsprechend geformt sind. (2 Zeichnungen.)

406. Société française de la Viscose, Paris. Verfahren zur Herstellung gereinigter Viskoselösungen.

D.R.P 187 369 Kl. 29b vom 13. VIII. 1904 (gelöscht); franz. P. 334 636 mit Zus. 3366.

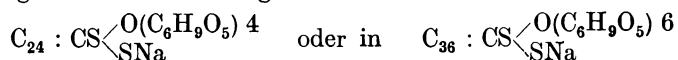
Bekanntlich ist die Viskose ein Produkt, das erhalten wird, wenn man Zellulose mit einem Alkali, z. B. Natronlauge, behandelt und auf das entstandene Produkt Schwefelkohlenstoff einwirken läßt. Die in dieser Weise erhaltene Viskose ist eine Flüssigkeit, die Zellulosexanthogenat der Formel $CS \begin{matrix} O(C_6H_9O_5) \\ \backslash \\ SNa \end{matrix}$ und verschiedene Verunreinigungen enthält, und zwar 1. die in der Natronlauge oder in dem Schwefelkohlenstoff, die man für die Herstellung benutzt hat, enthaltenen Verunreinigungen, 2. den Überschuß der angewendeten Natronlauge und des Schwefelkohlenstoffs, 3. die durch das Aufeinanderwirken dieser verschiedenen Stoffe erhaltenen Reaktionsprodukte, 4. die durch die Wirkung des Luftsauerstoffes auf die verschiedenen Stoffe entstandenen Produkte. Alle diese Verunreinigungen sind in Wasser und in Alkalilösungen löslich. Unter der Einwirkung der Zeit oder einfach der Wärme wandelt sich das Zellulosexanthogenat um und durchgeht nacheinander die folgenden Zwischenstufen:



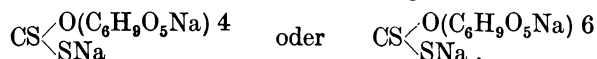
Die drei ersten Stoffe, nämlich die Xanthogenate C_6 , C_{12} , C_{18} sind in Wasser löslich und in Salzlösungen unlöslich. Die beiden folgenden, die Xanthogenate C_{24} und C_{36} , sind in Wasser und Salzlösungen unlöslich oder sehr wenig löslich. Wenn das Xanthogenat die Stufe C_{48} erreicht, zersetzt es sich und bildet Zellulose zurück. Das Xanthogenat hat in Gegenwart der Verunreinigungen, die in der in der oben beschriebenen Weise erhaltenen Viskose enthalten sind, die Neigung, sehr rasch in die Verbindung C_{48} überzugehen, d. h. als Zellulose auszufallen und infolgedessen unverwertbar zu werden. Um der Viskose hinreichende Beständigkeit zu verleihen, ist es infolgedessen unerlässlich, sie von allen Verunreinigungen, die sie enthält, zu befreien. Außerdem muß man bekanntlich die Flüssigkeit beim Spinnen der Viskose durch eine Spinndüse in eine die Gerinnung hervorrufende Lösung, z. B. in schwefelsaures Ammoniak, eintreten lassen. Das Xanthogenat gerinnt, und der erhaltene Faden wird mit einer Säure behandelt, die ihn unter Zer-

setzung des Xanthogenats in den Zellulosefaden umwandelt. Wenn man diese Behandlung mit unreiner Viskose ausführt, lösen sich alle Verunreinigungen in dem Bad von schwefelsaurem Ammoniak auf, das rasch nicht mehr benutzt werden kann. Nun ist dieses Bad sehr teuer; es ist daher wichtig, um den Herstellungspreis zu vermindern, die Verunreinigungen in dem Bad zu vermeiden. Außerdem bleiben bei der Gerinnung des Xanthogenats in dem Bad von schwefelsaurem Ammoniak viele Verunreinigungen in dem Faden eingeschlossen, was diesem die für die verschiedenen Behandlungen beim Spinnen und Abhaspeln der Spulen erforderliche Festigkeit nimmt.

Die Erfindung besteht nun darin, die Viskose zu reinigen, um die erwähnten Nachteile zu beseitigen. Das Reinigungsverfahren beruht auf den an sich bekannten Eigenschaften des Xanthogenats, d. h. auf der Löslichkeit der Xanthogenate C_{12} und C_{18} in Wasser und auf der fast vollkommenen Unlöslichkeit der höheren Xanthogenate C_{24} und C_{36} ; ferner auf der Unlöslichkeit aller Xanthogenate in Salzlösungen. Das Verfahren beruht gleichfalls auf der bekannten raschen stufenweisen Umwandlung des Xanthogenats C_6 in die Xanthogenate C_{12} , C_{18} , C_{24} und C_{36} durch die Einwirkung der Wärme. Gemäß dem Verfahren nimmt man unreine Viskose und erhitzt sie auf eine Temperatur von $45-50^\circ \text{C}$; hierbei erfolgt die beschriebene Umwandlung. Man läßt die Temperatur ungefähr 15 Minuten lang einwirken, bis fast das gesamte Xanthogenat in das Xanthogenat



übergangen ist. Diese beiden Stufen sind übrigens die günstigsten zum Spinnen. Das Gerinnsel wird dann in dünnem Strahl in eine Salzlösung einfließen gelassen. Die Verunreinigungen lösen sich auf, während die Xanthogenate ungelöst bleiben. Man läßt das unlösliche Produkt eine Zeitlang in der Salzlösung, damit alle Verunreinigungen sich durch Dialyse auflösen; man trennt dann das Xanthogenat von der Flüssigkeit und wäscht mit Wasser. Da das Produkt sich fast einzig und allein aus den fast unlöslichen Xanthogenaten C_{24} und C_{36} zusammensetzt, entstehen nur sehr geringe Verluste. Das Produkt wird nun in einer Lösung von Natronlauge wieder aufgelöst, in der es bekanntlich löslich ist, und es entsteht dann eine Lösung der Stoffe



Die auf diese Weise erhaltene Flüssigkeit ist eine Auflösung von reinem Xanthogenat, die man nun in bekannter Weise durch die Spinn­düsen treten läßt, durch schwefelsaures Ammoniak zum Gerinnen bringt und dann mit einer Säure zersetzt, um Zellulosefäden zu erhalten. Von der aus der amerikanischen Patentschrift 716 778¹⁾ bekannten Herstellung von C_{24} -Xanthogenat unterscheidet sich das vorliegende Verfahren dadurch, daß infolge der Abwesenheit von freiem Alkali vor

¹⁾ Siehe S. 442.

der Behandlung mit Salzlösungen schon die Gerinnung der Viskose erfolgt; dies ist aber erforderlich, um eine brauchbare Lösung der von Verunreinigungen befreiten Viskose in Alkalien erzeugen zu können.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung gereinigter Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man durch Erwärmen von roher Viskoselösung bis zu 50° gewonnene, wasserunlösliche Viskose mit wäßrigen Salzlösungen behandelt und nach dem Auswaschen in Alkalilauge auflöst.

407. Société française de la Viscose, Paris. Verfahren zum Anreichern und Reifmachen von Viskoselösungen.

D.R.P 223 736 Kl. 29b vom 1. II. 1907 (gelöscht); österr. P. 35 267; franz. P. 374 123; brit. P. 8179¹⁹⁰⁷; Ver. St. Amer. P. 986 306 (L. Naudin).

Bekanntlich verlangt die Verwendung von Viskose zur Herstellung von Fäden, dünnen Häutchen u. dgl. einen besonderen Reifezustand. Um diesen zu erzielen, hat man verschiedene Mittel vorgeschlagen, unter anderem: Erhitzen der Rohviskose auf 70–90° bei großem Alkaliüberschuß oder deren längeres Aufbewahren in auf 15–18° erwärmten Gefäßen. Bei diesen beiden Verfahren verbleiben in der Viskose große Mengen von Nebenprodukten, wie Karbonate, Sulfokarbonate u. dgl. Auch hat man die Viskose bis zur Gerinnung bei Gegenwart von kohlen säure- und schwefelhaltigen Stoffen erhitzt, sie dann gewaschen, um die genannten Nebenprodukte zu entfernen, und schließlich den Rückstand in Alkali gelöst, um die Viskose zurückzubilden. Der Gehalt der so gewonnenen Lösungen an Zellulose steigt jedoch auch im besten Falle nicht über 10%. Ihre gewerbliche Verwertung wird dadurch stark beschränkt. Um den Gehalt von Viskoselösungen an Zellulose anzureichern, würde ein einfaches Verdampfen des als Lösungsmittel dienenden Wassers nicht zum Ziele führen, denn durch andauerndes Erhitzen auf die Siedetemperatur des Wassers würde das Xanthogenat völlig zersetzt werden. Dieser Übelstand wird nun gemäß vorliegender Erfindung durch Zuhilfenahme der Luftpumpe vermieden, wodurch sich der Siedepunkt des Wassers bekanntlich wesentlich herabsetzen läßt. Auf diese Weise gelingt es, Viskoselösungen bis auf einen Gehalt von 12–15% Zellulose anzureichern und sie gleichzeitig zur Reife zu bringen.

Die Ausführung des Verfahrens geschieht folgendermaßen: Die Viskose wird nach dem Filtrieren in ein Gefäß befördert, das man auspumpen und nach Bedarf auch unter Druck setzen kann, und das im Innern eine Rührvorrichtung enthält, die es ermöglicht, das Gemisch während der Verdampfung kräftig durchzurühren. Das Gefäß ist mit doppelten Wandungen versehen, zwischen denen man nach Belieben heißes Wasser oder eine andere Heizflüssigkeit kreisen lassen kann. Man regelt Temperatur und Luftverdünnung so, daß die Verdampfung des Wassers bei 32–35° C stattfindet, und setzt das Rührwerk in Bewegung. Die Viskose gerät ins Kochen; durch den entweichenden Wasserdampf werden Luft und flüchtige schwefelhaltige Produkte fortgeführt. Hierbei konzentriert sich die Masse, um gleichzeitig zu reifen. Nach 1 bis 2 Stunden, je nach dem Grade der gewünschten Konzentration, ist die Eindickung beendet und die Viskose zu weiterer Verarbeitung geeignet.

Bis zu 50% des in der Viskose enthaltenen Wassers können auf diese Weise als Dampf von der Luftpumpe abgesaugt werden. Unterbricht man nach Entfernung der Luft und der flüchtigen schwefelhaltigen Produkte die Verbindung des Verdampfers mit der Luftpumpe, so kann erforderlichenfalls das Vakuum aufrecht erhalten werden, um das Ausreifen der Viskose zu beenden, ohne daß eine weitere Eindickung erfolgt.

Patentanspruch: Verfahren zum Anreichern und Reifmachen von Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man die Verdampfung des darin enthaltenen Wassers im luftverdünnten Raum unter entsprechender Wärmezufuhr bei möglichst niedriger Temperatur bewirkt und nach genügender Konzentrierung die Destillation unterbricht, wobei man nach Absperrung des Verdampfers von der Luftpumpe erforderlichenfalls die Masse zwecks vollständigen Ausreifens unter Minderdruck hält und sie schließlich unter diesem erkalten läßt.

Das Ver. St. Amer. P. 986 306 enthält 1 Zeichnung.

Nach Continentale Viscose Compagnie G. m. b. H.

408. Continentale Viscose Compagnie G. m. b. H., Breslau. Verfahren zur Gewinnung gereinigter Viskose mittels Abscheidung der höheren Zellulosexanthogenate aus gereiften, unreinen Viskoselösungen in wasserunlöslicher Form.

D.R.P. 209 161 Kl. 29b vom 20. X. 1903 (gelöscht).

Durch das Patent 187 369¹⁾ ist ein Verfahren zur Reinigung von roher Viskose geschützt, das darin besteht, daß Rohviskose nach dem Erwärmen bis auf 50° mit wäßrigen Salzlösungen behandelt und das ausgefällte reine Xanthogenat nach dem Auswaschen in Alkalilauge wieder aufgelöst wird.

Demgegenüber beruht die vorliegende Erfindung auf der Beobachtung, daß aus reifen Rohviskoselösungen die höheren Xanthogenaten bereits durch gasförmige Kohlensäure bei gewöhnlicher Temperatur ausgefällt werden können, so daß sie sehr leicht mit reinem Wasser oder ganz verdünnten Salzlösungen ausgewaschen, von den färbenden oder sonstigen störenden Nebenprodukten befreit und darauf mit großer Leichtigkeit in schwacher Alkalilauge gelöst werden können, ohne an wertvollen Eigenschaften einzubüßen. Zur Ausführung des Verfahrens wird die durch einfaches Stehenlassen oder auf eine der sonst bekannten Weisen gereifte Viskose u. U. unter Rühren mit einem Strom gasförmiger Kohlensäure behandelt. Die dabei niedergeschlagene, schwach grünlich gefärbte Gallerte wird darauf durch Waschen von den Nebenprodukten befreit und in verdünnter Alkalilauge wieder gelöst. Bei diesem Verfahren erfolgt die Ausscheidung der wasserunlöslichen Xanthogenate durch Kohlensäure um so schneller, je reifer die Viskose ist. Da sich aber das Verfahren im allgemeinen durch große Einfachheit und Schnelligkeit auszeichnet, so ist es möglich, das Xanthogenat fast genau in dem Reifegrad zur Ausscheidung zu bringen, der für den jeweiligen Verwendungszweck der gereinigten Viskose am geeignetsten

¹⁾ Siehe S. 374.

erscheint. Es braucht nicht, wie bei den bisher geübten Verfahren, mit einem merklichen Fortschreiten des Reifens während der Ausfällung, Waschung und Wiederauflösung des gereinigten Xanthogenates gerechnet zu werden. Durch die bisher erforderliche Rücksichtnahme auf dieses Nachreifen während der Reinigung wurde praktisch der Erfolg der Reinigung wieder in Frage gestellt, weil die Viskose in einem früheren als dem zur jeweiligen Verwendung geeigneten Reifezustand gereinigt werden mußte und die mit dem erforderlichen Nachreifen wieder einsetzenden Zersetzungs- und Oxydationsvorgänge neue Dunkelfärbung und Verunreinigung durch Nebenprodukte bewirkten.

Patentanspruch: Verfahren zur Gewinnung gereinigter Viskose mittels Abscheidung der höheren Zellulosexanthogenate aus gereiften, unreinen Viskoselösungen in wasserunlöslicher Form, dadurch gekennzeichnet, daß die Abscheidung durch Einwirkung von gasförmiger Kohlensäure erfolgt, worauf die gebildete Gallerte durch Waschen von den Nebenprodukten befreit und darauf von neuem in verdünntem Alkali gelöst wird.

Nach Vereinigte Kunstseide-Fabriken Akt.-Ges.

409. Vereinigte Kunstseide-Fabriken Akt.-Ges., Frankfurt a. M. Verfahren zur Herstellung reifer Viskoselösungen.

D.R.P. 183 623 Kl. 29b vom 21. VI. 1902 (gelöscht); brit. P. 17 502¹⁹⁰²; franz. P. 323 473.

Die Lösungen des Zellulosethiokarbonats, der Viskose, in Wasser lassen sich bekanntlich in der Technik verschieden anwenden, z. B. zur Erzeugung von Filmen oder glänzenden Fäden, indem man die Lösung aus enger Öffnung in Chlorammoniumlösung einfließen läßt. Bei der unmittelbaren Verarbeitung der Rohviskoselösung zeigt sich nun der Mißstand, daß die sich mitausscheidenden schwefelhaltigen Nebenprodukte störend wirken, indem die erzeugten Fabrikate eine weißgelbliche, glanzlose Mißfarbe besitzen, weshalb ein vorheriges Ausfällen und Wiederauflösen des Zellulosethiokarbonats zwecks Reinigung notwendig ist. Ferner besitzen die wäßrigen Lösungen der Viskose die unangenehme Eigenschaft, sich sehr rasch von selbst zu zersetzen. Das sich ausscheidende Zellulosehydrat bildet eine feste Gallerte, wodurch eine vorteilhafte Verarbeitung im Großbetrieb ungemein erschwert wird.

Größere Haltbarkeit der Viskoselösung und direkt farblose Zellulosehydratausscheidung werden bei Anwendung des nachstehend beschriebenen Verfahrens erreicht: 100 Gewte. Zellulose, nach den bekannten Angaben von Cross und Bevan¹⁾ auf Viskose verarbeitet, werden in etwa 1800 Gewtn. Kali- oder Natronlauge von 1,22 spez. Gew. aufgelöst. Die Lösung erfolgt leichter als mit Wasser allein; sie ist auch dünnflüssiger, würde jedoch, auf Zellulosehydrat unmittelbar weiter verarbeitet, bei dessen Ausscheidung ein weißgelbliches, nicht farbloses Produkt liefern. Es wird deshalb die erhaltene alkalische, gallertartige

¹⁾ Siehe S. 367 u. ff.

Lösung unter stetem Rühren auf 60–80° C erhitzt. Dabei treten Umsetzungen ein; das Alkali scheint auf die Schwefelverbindungen einzuwirken, die Lösung färbt sich dunkler, bleibt jedoch klar, ein charakteristischer Leimgeruch tritt auf, die Lösung koaguliert jedoch weder jetzt noch beim Erkalten. Für die spätere Verwendung ist es wichtig, so lange und so hoch zu erwärmen, bis eine vollständige Umsetzung stattgefunden hat. Dies wird auf einfache Weise dadurch festgestellt, daß ein Tropfen der heißen Lösung auf eine Glasplatte verstrichen und in konzentrierte, wäßrige Chlorammoniumlösung eingetaucht, sogleich ein vollständig farbloses, klares, festes Häutchen gibt. Solange dies noch trüb, weißlich erscheint, ist die Umsetzung unvollständig. Bei weniger hohem Erhitzen, z. B. auf nur 50–60° C, dauert die Umsetzung mehrere Stunden, während sie bei höherer Temperatur, 70–90° C, rasch erfolgt. Die nachherige Haltbarkeit der Lösung ist bedingt durch ihren Gehalt an Alkali. Eine Alkalimenge in der Lösung, entsprechend dem Gewichte der zur Viskoseherstellung verwendeten Zellulose, wirkt schon sehr verzögernd auf eine spätere Koagulierung. Am vorteilhaftesten hat sich die Anwendung einer 3–4fachen Gewichtsmenge Ätzkali oder Ätznatron auf 1 T. Zellulose erwiesen. Die Verwendung dieser Lösung ist die gleiche wie die der Viskoselösung, nur ist der vorhandene Überschuß an Alkali nachher zu neutralisieren, was jedoch keine Schwierigkeiten bietet. Das ausgeschiedene Zellulosehydrat zeigt sich klar und farblos.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung reifer Viskoselösungen aus Lösungen von Rohviskose in Kali- oder Natronlauge, dadurch gekennzeichnet, daß man die Rohviskoselösungen auf über 40° C liegende Temperaturen erwärmt.

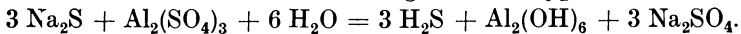
410. Vereinigte Kunstseide-Fabriken A.-G., Kelsterbach a. M. Verfahren zur Herstellung von in Mineralsäuren zu glänzenden Fäden, Häutchen u. dgl. verarbeitbaren, von Sulfidverbindungen freien Zelluloselösungen mit Hilfe von Aluminium- oder Chromsalzen aus Viskoselösungen.

D.R.P. 200 023 Kl. 29 b vom 23. IV. 1907 (gelöscht); österr. P. 37 137; franz. P. 389 284; brit. P. 8742¹⁹⁰⁸.

Die Schwierigkeiten, die bei der Fadenbildung durch Ausspritzen von Viskoselösung in konzentrierte Salzlösungen zu überwinden sind, und die auf die unvollkommene Koagulierfähigkeit der Viskose durch Salzlösungen zurückzuführen sind, machen die Gewinnung einer Viskoselösung wünschenswert, die die Abscheidung eines festen, glänzenden Fadens beim Spinnen in Mineralsäure gestattet. Die Unmöglichkeit, rohe Viskose hierzu zu verwenden, beruht auf der Anwesenheit von an Alkali gebundenen Schwefelverbindungen, die bei der Berührung mit Säuren eine Entwicklung von Schwefelwasserstoff und Abscheidung von Schwefel verursachen. Es ist nun bekannt, Rohviskose dadurch von Sulfiden und anderen Verunreinigungen zu befreien, daß man sie zunächst durch Erwärmen koaguliert und darauf mit Lösungen von Salzen, wie Kochsalz, Natriumbikarbonat, Aluminiumsulfat, Natrium-

sulfit u. a. behandelt. Ferner wurde schon vorgeschlagen, zum Reinigen von Rohviskose schwache Säuren, wie Essigsäure, Milchsäure, Ameisensäure u. dgl., im Überschuß unmittelbar auf die noch nicht koagulierte Viskoselösung einwirken zu lassen.

Demgegenüber hat sich gezeigt, daß die Zerstörung der Sulfidverbindungen in verdünnten Viskoselösungen besonders vorteilhaft und ohne schädliche Beeinflussung des Zellulosexanthogenats erfolgt, wenn man Aluminium- oder Chromsalze unmittelbar auf die nicht koagulierte Viskoselösung einwirken läßt. Man erhält dadurch ein Produkt, das für die Herstellung künstlicher glänzender Fäden, Häutchen usw. ebenso geeignet ist wie das nach den bekannten Verfahren gereinigte. Die dabei stattfindende Reaktion vollzieht sich gemäß der typischen Umsetzung:



Um diese Umsetzung für den angegebenen Zweck anzuwenden, verfährt man folgendermaßen: Rohviskoselösung, die nach einem der bekannten Verfahren bereitet ist, und zwar derart, daß möglichst wenig Ätznatron zur Anwendung gelangt, wird zunächst mit einer gewissen Menge Schwefelsäure versetzt, die dazu dienen soll, einen Teil überschüssigen Natronhydrats abzustumpfen. Gießt man die Säure in Lösungen von höchstens 1⁰/₁₀₀ zu, so wird eine Abscheidung von Zellulose vermieden. Hierauf fügt man zu der Lösung, die zweckmäßig auf eine Verdünnung von etwa 1% Zellulosegehalt gebracht ist, gerade soviel Aluminiumsalz hinzu, als zur Zersetzung der Sulfide nötig ist, was man am Aufhören der Bildung von Schwefelwasserstoffblasen oder an der neutralen Reaktion der Flüssigkeit erkennt. Auf 1 kg Zellulose, die mit der doppelten Menge Natronlauge vom spez. Gew. 1,2 (ungefähr 18% NaOH) durchtränkt war und mit der nötigen Menge Schwefelkohlenstoff in Viskose übergeführt ist, kommen z. B. 300 g Schwefelsäure vom spez. Gew. 1,84 und 800 g technischer Alaun. Aus der so entstandenen sehr verdünnten neutralen Lösung, die vollständig von allen verunreinigenden Sulfiden befreit ist, scheidet sich freiwillig beim Stehen unter zeitweiligem Umrühren eine verhältnismäßig reine Zelluloseverbindung aus, und zwar als flockiger oder breiförmiger Niederschlag, der sich nach dem Schleudern oder Auspressen als ein mehr oder weniger trockenes Pulver darstellt. Dieses enthält als fremde Beimischung stets eine gewisse Menge Aluminiumhydrat, ferner eine geringe Menge von der trotz des Schleuderns noch anhaftenden Mutterlauge. Da diese aber sehr verdünnt ist, so kann von einem Auswaschen des Niederschlages nach dem Schleudern Abstand genommen werden. Es ist augenscheinlich, daß bei dieser Abscheidung der von den Sulfiden gänzlich befreiten Zelluloseverbindung aus der verdünnten, neutralen Lösung die wasserentziehende Wirkung der zugefügten Salzlösung nicht in Betracht kommt. Die Ausfällung erfolgt bei gewöhnlicher Temperatur in der Regel in etwa 24 Stunden. Erwärmt man aber nach der beschriebenen Umsetzung auf 40–50° C, so tritt sie schon nach 3–6 Stunden ein. Gelindes Erwärmen ist zweckmäßig zum Austreiben etwaiger Reste von Schwefelkohlenstoff, die, aus der angewandten frischen Rohviskoselösung stammend, etwa noch beigemischt sind.

Zum Unterschied von frischgefälltem Zellulosexanthogenat, das auf andere bekannte Weise aus Rohviskose dargestellt wird, ist das gewonnene Zelluloseprodukt in Wasser nicht löslich. Es löst sich jedoch leicht und vollständig in Natronlauge. Dieses Verhalten deutet darauf hin, daß bei der beschriebenen Behandlung nicht allein die verunreinigenden Sulfide zerstört werden, sondern daß auch die Zusammensetzung des Zellulosexanthogenats eine Veränderung erleidet, vermutlich im Sinne der Bildung einer hydratisierten Zellulose. Darauf weist auch die Tatsache hin, daß aus der mit dem Aluminiumsalz behandelten Viskoselösung sich rasch unlösliches Zellulosehydrat niederschlägt, falls man vor der beginnenden Fällung die Temperatur auf über 50° C steigert. Der Übergang der bei gewöhnlicher Temperatur ausgeschiedenen Verbindung in eine unlösliche Modifikation erfolgt auch, wenn man die Masse nach vollendeter Ausfällung noch verhältnismäßig kurze Zeit, z. B. über Nacht, sich selbst überläßt. Das auf beschriebene Art gewonnene pulverige Produkt gibt mit mäßig konzentrierter Natronlauge Lösungen von beliebiger Konzentration, die durch geeignete Koagulierung mit Mineralsäuren sich zu glänzenden Fäden, Häutchen usw. verarbeiten lassen. Die damit gewonnenen Gespinste weisen die besondere wertvolle Eigenschaft auf, ungleich den aus anderen Xanthogenatlösungen gefällten frischen Zellulosefäden nach dem Auswaschen mit Wasser beim Trocknen verhältnismäßig wenig einzuschrumpfen, was den Vorteil bedingt, daß bei der Trocknung in gespanntem Zustand weder ein Reißen der Fäden noch auch nur eine Beeinträchtigung ihrer Festigkeit infolge zu starker Dehnung eintreten kann.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von in Mineralsäuren zu glänzenden Fäden, Häutchen u. dgl. verarbeitbaren, von Sulfidverbindungen freien Zelluloselösungen mit Hilfe von Aluminium- oder Chromsalzen aus Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man diese Salze unmittelbar auf die nicht koagulierten Viskoselösungen einwirken läßt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß aus den von Sulfidverbindungen gemäß Anspruch 1 befreiten Viskoselösungen zweckmäßig in verdünntem Zustande durch Stehenlassen ein Zellulosederivat in flockiger oder breiartiger Form langsam, u. U. unter Erwärmen, abgeschieden und der erhaltene Niederschlag durch Schleudern oder Pressen von der wäßrigen Flüssigkeit befreit, in fester Form gewonnen und in Alkalilauge aufgelöst wird.

Nach J. P. Bemberg A.-G.

411. J. P. Bemberg A.-G., Barmen-Rittershausen. Verfahren zur Reinigung von Rohviskose.

D.R.P. 197 086 Kl. 29b vom 29. III. 1907 (gelöscht).

Behandelt man Rohviskose mit wenig schwefliger Säure oder Bisulfit, so erfolgt keine vollständige Zersetzung der lästigen Nebenprodukte. Wendet man dagegen überschüssige Säure an, so findet zwar eine vollkommene Zersetzung dieser Produkte statt, das erhaltene saure

Viskoseprodukt ist jedoch wenig haltbar und daher an sich für viele Zwecke unbrauchbar. Es muß vielmehr durch umständliche Behandlung mit einem neutralen, wasserentziehenden Mittel, Waschen und Abpressen gereinigt werden, Maßnahmen, die durch die zähe, lederartige Beschaffenheit des ausgefällten Produktes sehr erschwert werden.

Die vorliegende Erfindung beruht auf der Beobachtung, daß sich diese umständliche und schwierige Nachbehandlung der sauren Viskose in einfachster Weise umgehen läßt, wenn man die Behandlung mit der sauren Lösung solange fortsetzt, bis die Viskose zusammenschrumpft und hart wird. Sie kann dann leicht abgepreßt und durch einfaches Auswaschen mit ganz verdünnter Bisulfitlösung gereinigt werden. Das so erhaltene, in schwacher Natronlauge lösliche Produkt ist sehr haltbar. Das z. B. aus 100 g Zellulose erhaltene rohe Einwirkungsprodukt von Schwefelkohlenstoff und Alkalizellulose wird, ohne erst in Wasser gelöst zu werden, mit etwa 1 l einer Natriumbisulfitlösung von etwa 25° Bé übergossen und 5—6 Stunden sich selbst überlassen. Die anfangs stark aufgequollene Viskose schrumpft nach einiger Zeit zusammen und ist nach Verlauf der angegebenen Zeit so hart, daß sie sehr leicht abgepreßt werden kann. Nach dem Abpressen wird sie noch mehrmals mit einer dünnen Bisulfitlösung von etwa 1% gewaschen, bis sie völlig weiß geworden ist. Die so erhaltene Viskose löst sich nicht in Wasser, sie quillt darin nur stark auf und löst sich leicht und vollkommen bei Zusatz von Natronlauge. Wesentlich bei dieser Reinigung ist, daß Bisulfit stets im Überschuß vorhanden ist; die erste Bisulfitlösung muß also nach dem Abfiltrieren noch sauer reagieren. Statt 25° starker Bisulfitlauge kann auch stärkere und entsprechend weniger genommen werden, der Prozeß geht dann etwas schneller vor sich.

Patentanspruch: Verfahren zur Reinigung von Rohviskose mit einer überschüssigen Lösung von schwefliger Säure oder Bisulfit ohne vorherige Auflösung der Rohviskose, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung der Rohviskose mit dem Reinigungsmittel so lange fortgesetzt wird, bis die Viskose zusammenschrumpft und hart wird, worauf sie durch Abpressen und Waschen von den Verunreinigungen befreit werden kann.

Nach Waddell.

412. M. Waddell, New York (S. W. Pettit, Philadelphia). Herstellung von Viskose.

Ver. St. Amer. P. 855 213 vom 28. V. 1907.

Alkalizellulose taucht man in Schwefelkohlenstoff unter, bis sie in Zellulosexanthogenat umgewandelt ist. Dabei schließt man die Luft ab. Dann zieht man den überschüssigen Schwefelkohlenstoff ab und bedeckt das Xanthat mit einer wäßrigen Ätzalkalilösung, bis die für eine Spinnlösung geeignete Konsistenz erreicht ist. Der überschüssige Schwefelkohlenstoff wird dann in Dampfform entfernt.

Nach Leclair.**413. Ch. C. Leclair.** Vervollkommnungen in der Herstellung der Viskose.

Franz. P. 402 804.

Ein kugelförmiger oder ellipsoidaler Kessel ist am oberen Ende einer schräg stehenden Welle so angeordnet, daß er außer der Drehbewegung eine Bewegung nach aufwärts und abwärts ausführen kann. Die Welle, an der der Kessel befestigt ist, hat im Innern Leitungen, durch die die Chemikalien eingeführt werden und der Kessel unter Druck oder Vakuum gesetzt werden kann. Am dem Kessel ist eine Öffnung zum Einbringen des zu bearbeitenden Papierstoffs und eine Öffnung zur Abführung der Viskose angebracht. An diese zweite Öffnung kann beim Entleeren ein biegsamer Schlauch angeschlossen werden. Der Kessel ist mit Heiz- und Kühleinrichtung versehen und hat im Innern Kugeln zur Zerkleinerung und Durchmischung des Inhalts. (3 Zeichnungen.)

414. Ch. C. Leclair, Paris. Verfahren zur Herstellung von Viskose und ähnlichen Verbindungen.Brit. P. 20 593¹⁹⁰⁹.

Die verschiedenen, bei der Herstellung von Viskose notwendigen Maßnahmen werden in einem und demselben drehbaren, luftdicht verschließbaren Kessel vorgenommen, in den die flüssigen oder gasförmigen Reagenzien unter Druck eingeführt werden, und aus dem die während der Reaktion entstehenden Gase oder Dämpfe durch Absaugen entfernt werden. Der Kessel hat einen Mantel, durch den Heiz- und Kühlflüssigkeit strömt, und enthält Kugeln zur Zerkleinerung und Durchmischung seines Inhalts. Innen kann er durch elektrische Lampen erleuchtet werden. Die Zuführung für die Reagenzien kann mit einem Zerstäuber verbunden sein. (1 Zeichnung.)

Eine ähnliche Einrichtung beschreibt das franz. P. 419 852 desselben Erfinders. (4 Zeichnungen.)

In dem franz. P. 10 929, Zus. z. 402 804, werden statt Papier Papier schnitzel oder -streifen, Hüllen von Papierkonfetti oder gesiebter Papierstoff verwendet. Gleichzeitige Zugabe von Alkalilauge und Schwefelkohlenstoff zu dem Papierstoff usw., der sich in dem umlaufenden Kessel befindet, soll ein gleichmäßigeres Produkt ergeben.

Nach Lyncke.**415. H. Lyncke, Berlin.** Herstellung löslichen gepulverten Alkalizellulosexanthogenats.Brit. P. 8023¹⁹⁰⁸; D.R.P. 237 261 Kl. 12o vom 22. IX. 1907 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 1 074 881; franz. P. 388 915.

Das rohe Alkalizellulosexanthogenat, das durch Einwirkung von Schwefelkohlenstoff auf Alkalizellulose erhalten wird, wird, ohne in Wasser gelöst zu werden, mit etwa dem dreifachen Gewicht Äthylalkohol von 96% in einer Knetmaschine durchgearbeitet. Das Produkt

zerfällt in kleine krümelige Stückchen, die bei 70—80° oder niedrigeren Temperaturen getrocknet werden, worauf sie noch weiter zerkleinert werden können. Auch Methylalkohol kann benutzt, es kann ferner etwas Äther oder Aceton den Alkoholen zugesetzt werden. Die Anwesenheit von etwas Säure erleichtert die Reinigung.

Nach Pellerin.

416. A. Pellerin. Verfahren zur Herstellung von Zellulose-xanthogenatlösungen.

Franz. P. 417 568; brit. P. 15 752¹⁹¹⁰.

Den zur Herstellung von Kunstfäden, Häutchen, plastischen Massen usw. dienenden Zellulosexanthogenatlösungen werden Glycerin, Glykose oder andere Körper mit alkoholischen Funktionen zugesetzt, um den Produkten größere Weichheit und Elastizität zu verleihen. Es werden z. B. 162 g trockene Zellulose mit 98 g reinem oder der doppelten Menge 50% igen Glycerins versetzt. Dazu gibt man 120 g Ätznatron, das in so viel Wasser aufgelöst ist, daß eine Lösung von 40° Bé entsteht. Man mischt das Ganze gut durch und gibt dann 156 g Schwefelkohlenstoff dazu. Das Gemisch wird in geschlossenem Gefäß durchgearbeitet und dann einige Stunden stehengelassen. Man versetzt mit Wasser oder schwacher Natronlauge, bis die Masse einen Gehalt von 6—7% Zellulose hat, läßt reifen und verwendet die Lösung zur Erzeugung von Kunstfäden. Statt das Glycerin oder die Glykose am Anfang des Arbeitsganges zuzusetzen, kann man auch das Xanthogenat in der üblichen Weise herstellen und dann Glycerin oder Glykose am Ende, vor dem Verspinnen, zusetzen. Man stellt z. B. aus 100 g trockenem Holzzellstoff, 300 g Natronlauge 25° Bé und 60—70 g Schwefelkohlenstoff das Xanthogenat her und gibt dann die nötige Menge Glycerin oder Glykose zu. Theoretisch können sich aus dem Glycerin oder den anderen Alkoholen Xanthogenate bilden, die mit dem Zellulosexanthogenat gemischte Xanthogenate liefern. Die erhaltenen Fäden usw. sind um so weicher und elastischer, je mehr die zugesetzten Stoffe geeignet sind, Weichheit und Elastizität zu verleihen.

Nach Lilienfeld.

417. Dr. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von im trockenen Zustande haltbaren, in Alkalien, Ammoniak und evtl. in Wasser, insbesondere beim Erwärmen, löslichen Zelluloseabkömmlingen aus Viskose.

D.R.P. 228 836 Kl. 12o vom 28. X. 1906 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 980 648; franz. P. 399 460; brit. P. 8708¹⁹⁰⁸.

Die in bekannter Weise durch Einwirkung von Alkali und Schwefelkohlenstoff auf Zellulose hergestellte Viskose (Zellulosexanthogenat oder Alkalizellulosexanthogenat) ist ein Produkt, welches bekanntlich nur geringe Haltbarkeit besitzt. Auch die nach den verschiedenen bekanntgewordenen Verfahren gereinigte Viskose zersetzt sich sowohl in Form der zwecks Reinigung gewonnenen Niederschläge wie ihrer Lösungen in

verhältnismäßig kurzer Zeit. Dasselbe gilt von den Derivaten der gereinigten oder ungereinigten Viskose, z. B. denjenigen, welche bei der Behandlung mit Salzen schwerer Metalle (Zink usw.) erhalten werden.

Es wurde nun gefunden, daß aus Viskose und ihren Derivaten durch Behandlung mit den oxydierende Eigenschaften besitzenden Manganaten, Permanganaten oder mit diesen ähnlich wirkenden Oxydationsmitteln Produkte entstehen, welche in trockenem Zustande haltbar sind und sich in verdünnten Alkalien und bei Einhaltung entsprechender Arbeitsbedingungen bei ihrer Herstellung auch in Ammoniak und gegebenenfalls auch in warmem Wasser lösen. Bei der in den Werken „Cellulose“ von Cross und Bevan, 2. Aufl. (1903), S. 26, Z. 12ff, sowie „Researches on Cellulose“ (1901) derselben Verfasser, S. 32 und 33, unten beschriebenen Behandlung von Zellulosexanthogenat mit Jod oder mit Hypochloriten erhält man nicht die gemäß vorliegendem Verfahren herstellbaren Produkte. Jod und Hypochlorite gehören deshalb nicht zu den erwähnten Oxydationsmitteln. Die vorliegenden Produkte und deren Derivate sowie die Lösungen der Produkte und ihrer Derivate eignen sich zu allen Zwecken, für welche gelöste Zellulose oder lösliche Zellosederivate Eignung besitzen; sie können für sich oder im Gemisch mit anderen hierfür geeigneten Körpern (Eiweiß, Leim, Kohlenhydrate usw.) zur Verwendung gelangen. Das Wasserunlöslichmachen der mit Hilfe der vorliegenden Produkte erzeugten Schichten, Häute, Fäden, Massen usw. kann je nach Bedarf entweder durch geeignete Fällungsmittel (Säuren, Metallsalze usw.) oder Dampf oder trockene Hitze oder Ablagern bzw. längere Berührung mit der Luft geschehen.

Beispiele. 1. 10 kg eines in 3–15% iger Natronlauge gelösten, in bekannter Weise hergestellten Zinksalzes der Viskose, welche etwa 300 bis 360 g Zellulose enthalten, werden, wenn nötig, durch Filtrieren oder Kolieren geklärt und unter gutem Schütteln allmählich mit einer Lösung, enthaltend etwa 2–3 l Wasser und 50–180 g Kaliumpermanganat oder die äquivalente Menge Kaliummanganat, versetzt. Das Reaktionsgemisch bekommt vorübergehend eine gallertartige Beschaffenheit, wird aber schließlich leicht beweglich. 2. Rohe Viskose wird in bekannter Weise durch Fällen mit Kochsalz, Salmiak oder Ammoniumsulfat usw. gereinigt. Der gewonnene Niederschlag wird ohne weiteres oder nach Auswaschen mit Kochsalzlösung auf einem Filter gesammelt oder in einer Presse abgepreßt und in verdünnter Natronlauge aufgelöst. 20 Gewte. einer solchen Lösung, entsprechend etwa 1 Gewt. Zellulose, werden mit $\frac{1}{4}$ bis $\frac{3}{4}$ Gewt. Kaliumpermanganat oder der äquivalenten Menge Kaliummanganat unter Schütteln oder Rühren versetzt. In beiden Fällen wird nach längerem Stehen (z. B. 12–24 Stunden) das Reaktionsgemisch zweckmäßig von den ungelösten Bestandteilen (Braunstein usw.) durch Kolieren, Zentrifugieren, Filtrieren od. dgl. befreit (man kann auch direkt fällen und den Braunstein durch geeignete Lösungsmittel, z. B. Bisulfitlauge usw., in Lösung bringen) und mit einer Säure, z. B. mit verdünnter Salzsäure oder mit Essigsäure, versetzt; man kann dann vorteilhaft etwas Natriumbisulfitlösung oder etwas schwef-

lige Säure zusetzen oder den durch Manganverbindungen dunkelgefärbten Niederschlag mit Wasser waschen und dann durch Behandlung mit Bisulfitlauge in zweckmäßig saurer Lösung entfärben. Der Niederschlag wird dann zweckmäßig mit Wasser oder mit Wasser und Alkohol usw. ausgewaschen und im Vakuum oder an freier Luft getrocknet. Will man die Trocknung beschleunigen, so kann man den u. U. mit Alkohol gewaschenen Niederschlag noch mit Äther erschöpfen. Durch Wiederauflösen in Lauge oder Ammoniak und Wiederausfällen mit Säuren kann man den Körper, wenn man will, einer weiteren Reinigung unterziehen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von im trockenen Zustande haltbaren, in Alkalien, Ammoniak und evtl. in Wasser, insbesondere beim Erwärmen, löslichen Zelluloseabkömmlingen aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man rohe oder gereinigte Zellulose-xanthogenate in Lösung mit Oxydationsmitteln, wie Kaliumpermananganat, Kaliummanganat, behandelt und das Reaktionsprodukt aus dem Reaktionsgemisch durch entsprechende Fällungsmittel ausfällt.

418. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von Zellulose-xanthogenatlösungen.

Franz. P. 474 793; brit. P. 14 339¹⁹¹⁴; D.R.P. 323 891 Kl. 29b vom 12. VI. 1914 (gelöscht); österr. P. 82 837; Ver. St. Amer. P. 1 379 351.

Bekanntlich erfährt Viskose, die längere Zeit auf 90° C erhitzt oder mit Mineralsäuren behandelt ist, eine Zersetzung, sie scheidet Zellulosehydrat aus, welches nach Waschen mit Wasser schwefelfrei ist und sich, wenn auch schwer, in konzentrierten Ätznatronlösungen löst. Man kennt auch ein Verfahren zum Reinigen der rohen Viskose, das darin besteht, daß man sie kurze Zeit auf 45–50° C erhitzt, in Salzlösung einlaufen und mit der Salzlösung längere Zeit in Berührung läßt, nach Waschen wieder in Alkali löst und das Xanthogenat fällt. Das vorliegende Verfahren beruht auf der Beobachtung, daß man mittels roher Viskosen polymerisierte Xanthogenate erhalten kann, die leicht und vollständig in mäßig konzentrierten Alkalilaugen löslich sind, und deren Lösungen vorteilhafte technische Anwendungen finden können, wenn man rohe Viskosen, besonders nach geeigneter Verdünnung, auf 60 bis 80° C erhitzt und sie bei dieser Temperatur erhält, bis das polymerisierte Xanthat sich gebildet hat. Es ist unlöslich in Wasser, leicht löslich in verdünnten Ätzalkalilösungen, wenn man den Niederschlag sorgfältig mit Wasser wäscht, bis er vollkommen farblos und ganz rein ist, und ihn dann in Ätzalkalien löst. Die Tatsache, daß der sorgfältig gewaschene Niederschlag organisch gebundenen Schwefel enthält, daß seine Lösungen beim Behandeln mit Mineralsäuren oder beim Erhitzen usw. dasselbe Zellulosehydrat abscheiden, das man beim Fällen von Viskose mit Mineralsäuren oder beim Erhitzen während bestimmter Zeit erhält, und daß seine Lösungen beim Behandeln mit Kupferoxydsalzen eine gelbe Färbung geben und durch Jodlösungen gefällt werden, führt zu dem Schluß, daß man es mit einer der höheren Formen des Zellulosexanthogenats zu tun hat. Die Lösungen dieses Xanthogenats zeichnen sich durch Beständigkeit aus. Man kann sie mehrere Wochen bei Zimmertemperatur stehenlassen, ohne daß Koagulation eintritt.

Spritzt man Lösungen dieser Art durch kapillare Öffnungen, Spinddüsen oder Schlitze in Mineralsäuren, so koagulieren sie mit großer Schnelligkeit zu transparenten, klaren und außerordentlich festen Fäden oder Filmen, die nach dem Waschen und Trocknen großen Glanz und im trocknen und feuchten Zustande bemerkenswerte Festigkeit besitzen. Infolge der großen Reinheit der erhaltenen Xanthogenatlösungen beladen die Fällbäder sich nur sehr wenig mit Verunreinigungen, sie können vorteilhaft und sehr lange benutzt werden. Zur Ausführung des Verfahrens nimmt man rohe Viskose, besonders gereifte, deren Konzentration nicht zu hoch ist, z. B. solche mit nicht über 5% Zellulose oder Zellulosehydrat, und erhitzt sie auf 60–80° C, vorzugsweise unter fortwährendem Umrühren. Bei dieser Temperatur verwandelt die Viskose sich in eine Gelatine. Man hält sie bei 60–80° C, wieder unter fortgesetztem Umrühren, bis sich ein Niederschlag ausscheidet, der in der Mutterlauge suspendiert bleibt. Man kann ihn alsbald mit kaltem Wasser leicht und rasch auswaschen, ohne daß er quillt, nach dem Waschen kann man den Niederschlag leicht in Natronlauge lösen, und man erhält sehr flüssige Lösungen mit 8–10% festem Ätznatron. Sehr langes Erhitzen muß man vermeiden, sonst wandelt das ausgeschiedene Xanthogenat sich in das bekannte Zellulosehydrat um, das man bisher durch Erhitzen der Viskose während entsprechender Dauer auf ungefähr 90° C erhalten hat. Man darf aber auch nicht zu kurz erhitzen, sonst läßt sich der abgeschiedene Körper oder die Gelatine nicht direkt mit kaltem Wasser waschen, sie würde darin quellen und vollständig oder teilweise in Lösung gehen, man müßte dann statt direkt mit Wasser mit Salzlösungen behandeln. Man erkennt das Ende der Reaktion daran, daß die dicke Gelatine, die dem Glasstabe oder Rührer einen gewissen Widerstand leistet, sich verdünnt und einem Niederschlage Platz macht, der gleichmäßig in der verdünnten Mutterlauge verteilt ist und dem Rührer einen geringeren Widerstand leistet. Während die Gelatine an dem Glasstabe oder Rührer haftet, läuft das Reaktionsgemisch aus Mutterlauge und Niederschlag gut ab, wenn die Reaktion beendet ist. Je nach der Konzentration der Viskose und der Temperatur dauert es 5 bis höchstens 15 Minuten vom Beginn der Ausscheidung der Gelatine bis zum Ende der Reaktion, wo das in Wasser unlösliche und in Alkalilauge lösliche Xanthogenat sich gebildet hat.

Das D.R.P. hat folgende

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Zellulose-xanthogenatlösungen aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man das durch Erhitzen von Rohviskose erzielte wasserunlösliche Xanthogenat mit Wasser gründlich auswäscht und nach dem Auswaschen in Alkalilauge auflöst.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausfällung des wasserunlöslichen Xanthogenats bei einer Temperatur von 60–80° C erfolgt.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 bzw. 2, dadurch gekennzeichnet, daß man von einer Rohviskose ausgeht, deren Gehalt an Zellulose bzw. Zellulosehydrat nicht mehr als 5% beträgt.

4. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 bzw. 2 bzw. 3, dadurch gekennzeichnet, daß man von einer Rohviskose ausgeht, welche nach dem Verfahren der Patentschrift 262 868 hergestellt wurde.

419. L. Lilienfeld, Wien. Herstellung von Viskose, Kunstseide, künstlichem Haar u. a. m.

Brit. P. 212 865 vom 2. VI. 1923 (Prior. 15. III. 1923).

Man behandelt Alkalizellulose bei Temperaturen nicht über 2° C, am besten zwischen -3 und -15°, mit Schwefelkohlenstoff. Die Alkalizellulose kann man durch Behandeln der Zellulose mit Alkalilauge, Entfernen des Überschusses durch Schleudern oder Pressen, Zerkleinern usw. oder durch Behandeln der Zellulose mit einer beschränkten Menge Alkalilauge gewinnen; in letzterem Falle kann das Pressen fortfallen. Durch die Einwirkung des Schwefelkohlenstoffs auf die Alkalizellulose unter Kühlen wird die Dauer des Verfahrens abgekürzt, auch wird die Zellulose hierbei weniger abgebaut, ferner kann das Reifenlassen vor dem Verspinnen fortfallen. Die Menge des Schwefelkohlenstoffs kann auf $\frac{1}{6}$ — $\frac{1}{10}$ Mol. auf 1 Mol. Zellulose herabgesetzt werden. Die erhaltenen Viskoselösungen sind farblos, haltbar und liefern bei der Koagulation keine milchig trüben Produkte.

420. L. Lilienfeld, Wien. Viskose, Kunstseide u. dgl.

Brit. P. 216 828 vom 24. VII. 1923 (Prior. 29. V. 1923), Zus. z. brit. P. 212 865.

Die Auflösung des Xanthogenats wird ganz oder teilweise zwischen 2 und 6° C durchgeführt, die Behandlung mit Schwefelkohlenstoff erfolgt bei Zimmertemperatur oder höher, sie kann aber auch bei 2 bis 6° C stattfinden. Als Ausgangsmaterial dient Zellulose oder ein Umwandlungsprodukt davon, wie Zellulosehydrate, Hydro- oder Oxyzellulose; es wird zunächst in Alkalizellulose übergeführt, oder man mischt einfach Zellulose mit Alkalilösung und Schwefelkohlenstoff. Man verwendet z. B. fein verteilte Sulfitzellulose oder mercerisierte Zellulose, die mit Wasser gewaschen und vorteilhaft mit verdünnter Säure behandelt und wieder gewaschen ist, oder Sulfitzellulose, die man mit Wasser verrührt, gepreßt, abgeschleudert und fein gemahlen hat, oder Sulfitzellulose, die mit verdünnter Mineralsäure behandelt, z. B. mit 0,5% iger Salzsäure gekocht ist.

Nach Becker.

421. Dr. F. Becker, Dessau. Verfahren zur Herstellung gereinigter Viskose.

D.R.P. 234 861 Kl. 29b vom 16. VIII. 1910 (gelöscht).

Nach vorliegendem Verfahren erhält man eine gereinigte Viskose, ohne Zusätze oder Erhitzen und ohne kostspieliges Bearbeiten der Rohviskose, indem man letztere einem Dialysierverfahren unterwirft und auf diese Weise die Nebenprodukte entfernt. Die Ausführung des Verfahrens ist sehr einfach und gestaltet sich beispielsweise folgendermaßen: Das durch Wechselwirkung von Alkalizellulose und Schwefelkohlenstoff entstandene Produkt, das Rohzellulosexanthogenat, wird in eine mög-

lichst hochprozentige dickflüssige Viskose verwandelt und in unreifem Zustand in beliebigen, geeigneten Dialysierapparaten gegen Wasser oder verdünnte Alkalilauge dialysiert. Diese Apparate sind am besten so eingerichtet, daß sie die Rohviskose ruhend oder in Bewegung in dünner Schicht mit möglichst großer Oberfläche der Einwirkung des dialysierenden Mittels aussetzen. So kann man z. B. den Osmoseapparat, wie er in der Zuckerindustrie zur Reinigung der Melasse durch Dialyse gebraucht wird, benutzen. Die Wirkung der Dialyse auf die Rohviskose besteht darin, daß letzterer bei genügend langer Dauer der Dialyse alle kristalloiden Schwefelverbindungen entzogen werden. Ist reines Wasser zum Dialysieren verwendet worden, so erhält man eine reine wäßrige Lösung von Natriumzellulosexanthogenat, welche auch frei ist von überschüssigem Alkali. Sie zeigt jedoch große Neigung zur Abscheidung der Zelluloseverbindung, weshalb man ihr zweckmäßig einen Zusatz von Natronlauge gibt, um sie haltbarer zu machen. Die gereinigte Viskose ist nach dem Filtrieren und etwaigem Reifen zu jeder beliebigen Verwendung geeignet. Man kann die Viskose auch im Zustand der Reife, z. B. gegen Natronlauge, dialysieren, so daß man sie sofort nach der Reinigung und Filtrierung verbrauchen kann. Die Verwendung von frisch bereiteter Rohviskose hat indessen den Vorteil, daß man die Dialyse gleichzeitig mit der Reifung ausführen kann, so daß die Reinigung auch mit keinem Zeitverlust verbunden ist. Die neue gereinigte Viskose soll als Ersatz der Rohviskose bei der Herstellung von künstlicher Seide, künstlichem Roßhaar, Filmen oder Apprets Verwendung finden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung gereinigter Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man Rohviskose in jedem beliebigen Konzentrations- und Reifegrad der Dialyse gegen Wasser oder Alkalilauge unterwirft.

Nach Société anonyme pour la fabrication de la Soie de Chardonnet.

422. La Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet, Besançon, Doubs, Frankr. Verfahren zum raschen Verspinnbarmachen von rohen Zellulosexanthogenatlösungen.

D.R.P. 270 051 Kl. 29 b vom 12. III. 1911 (gelöscht); franz. P. 430 445; brit. P. 1436¹⁹¹¹; schweiz. P. 54 834.

Bei der technischen Benutzung von Zellulosexanthogenatlösungen, z. B. Viskoselösungen, hat sich die Schwierigkeit gezeigt, daß das Produkt nicht unmittelbar nach seiner Herstellung verwendet werden kann, um aus ihm die Produkte regenerierter Zellulose in der gewünschten Form und namentlich die für Textilizwecke bestimmten Fäden zu erhalten. Vor der Verwendung der Zellulosexanthogenatlösungen ist es erforderlich, das Produkt der Operation des sog. „Reifens“ zu unterwerfen. Diese Behandlung besteht darin, daß man die Xanthatlösung einige Zeit sich selbst überläßt. Die hierfür erforderliche Zeit schwankt mit der Temperatur, welcher die Xanthatlösung ausgesetzt wird, beträgt aber in jedem Fall einige Tage. Aus der Notwendigkeit des Reifens ergeben sich verschiedene erhebliche Schwierigkeiten, welche davon her-

rühren, daß man das Produkt längere Zeit lagern lassen muß und hierbei sehr genau die Temperatur auf einer bestimmten Höhe zu halten hat, damit das Produkt im Augenblick der eigentlichen Verwendung die für die Benutzung notwendigen günstigen Eigenschaften besitzt.

Das vorliegende Verfahren bezweckt, die aus dem Reifungsvorgange sich ergebenden Nachteile zu vermeiden. Es wird nach dem vorliegenden Verfahren unmittelbar eine Xanthatlösung erhalten, welche die zur Gewinnung der gewünschten Produkte und namentlich der Textilfäden notwendigen Eigenschaften besitzt. Die Behandlung nach der vorliegenden Erfindung bewirkt, daß die bisher notwendige Reifung der Xanthatlösung durch Aufbewahren in der Ruhe unterbleibt. Die Xanthatlösung wird nach ihrer Herstellung dem vorliegenden Verfahren unterworfen und kann dann unmittelbar zur Verspinnung in einer bekannten Weise verwendet werden.

Man hat bereits versucht, die Xanthatlösung mit Säuren oder sauren Salzen zu behandeln¹⁾. Nach diesem Verfahren wird nicht nur das überschüssige freie, ungebundene Alkali der Lösung angegriffen, vielmehr erstreckt sich die Wirkung auch auf das mit der Zellulose verbundene Alkali des Xanthates. Es gelingt nach diesem Verfahren also nicht, ein Angreifen des Xanthates zu vermeiden. Eine homogene Mischung der Xanthatlösung mit der Säure oder einem sauren Salze ist nicht zu erzielen. Es bildet sich stets an irgendeinem Punkte der Mischung ein Überschuß von Säure, so daß also das Xanthat zersetzt wird. Wenn aber ein Überschuß von Säure oder saurem Salze angewendet worden ist, gelingt es nicht, in einfacher Weise die Lösung wiederherzustellen. Im Gegensatz zu diesem bekannten Verfahren werden nach dem vorliegenden neutrale Salze zur Erzielung eines für die weitere Verarbeitung der Xanthatlösung geeigneten Zustandes benutzt. Man kann alle neutralen Salze verwenden, welche die als Lösungsmittel dienende Base zu binden vermögen, ohne eine Zersetzung oder Koagulation des Xanthats herbeizuführen. Besonders haben sich Ammoniumsalze, z. B. Ammoniumsulfat oder Ammoniumchlorid, als geeignet erwiesen. Hierbei wird freies Ammoniak gebildet. Bei der Verwendung von Magnesiumsalz bildet sich unlösliche Magnesia, die durch Filtration od. dgl. von der Xanthatlösung getrennt werden kann. Man kann auch Salze verwenden, deren Base in Ätznatron löslich ist. Bei der Verwendung eines Zinksalzes wird beispielsweise Zinkoxyd frei, welches in Lösung geht. Die Art des zugesetzten neutralen Salzes ist derartig zu wählen, daß nur überschüssige Base gebunden wird und eine Koagulation des Xanthates nicht eintritt. Dadurch, daß keine Koagulation der Xanthatlösung eintritt, unterscheidet sich das vorliegende Verfahren von der bereits bekannten Anwendung der Salze oder Säuren zur Koagulation der Xanthatlösung nach der Verspinnung oder der bisher angewendeten Ansäuerung. Die Benutzung der Salze nach dem vorliegenden Verfahren erfolgt demnach in derartiger Menge, daß eine Koagulation der Xanthatlösung nicht stattfindet und eine unmittelbar zum Verspinnen ohne vorherige Reifung durch Lagerung geeignete Lösung entsteht.

¹⁾ Ver. St. Amer. P. 896 715, s. S. 447.

Zur Ausführung des Verfahrens kann man beispielsweise die in bekannter Weise erhaltene Xanthatlösung, welche etwa 8% NaOH enthält, unmittelbar nach der Herstellung in einem gründliche Durchmischung gestattenden Mischapparat mit einer Lösung von Ammoniumsulfat versetzen. Die Menge des eingeführten Ammoniumsulfats soll ungefähr 3% der Lösung betragen. Die Menge des zugesetzten Salzes kann je nach der Menge der ursprünglichen, in der Xanthatlösung vorhandenen Natronmenge schwanken und soll in allen Fällen ganz gering sein, um keine Koagulation der Masse hervorzurufen. Die Masse soll gelöst bleiben, so daß sie durch die Düsen u. dgl. zum Spinnen getrieben werden kann. Man kann das Verfahren im luftleeren Raum ausführen, um die Entwicklung von Blasen zu vermeiden und entwickelte Gase, wie z. B. Ammoniak, möglichst vollständig zu entfernen. Eine Erwärmung während der Behandlung wird zwecks Vermeidung der Koagulation vorteilhaft unterlassen.

Patentanspruch: Verfahren zum raschen Verspinnbarmachen von rohen Zellulosexanthogenatlösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die überschüssige Base durch Umsetzen mit neutralen Salzen chemisch gebunden wird.

Nach Burette.

423. A.-J. Burette. Verbesserungen in der Herstellung von Zellulosexanthat.

Franz. P. 430 221.

Nach den bekannten Verfahren hergestellte Viskose kann nicht direkt versponnen werden, sondern muß der Reifung unterworfen werden. Dabei muß ein Teil des Schwefelkohlenstoffs wieder abgespalten werden. Die Notwendigkeit dieses indirekten Verfahrens beruht auf dem bisher innegehaltenen Arbeitsverfahren. Die Masse bekommt während der Schwefelung plastische Beschaffenheit, durch das beim Mischen vorgenommene Durchkneten verwandelt sie sich in kompakte, mehr oder weniger voluminöse Massen. Eine genügende Schwefelung der inneren Teile läßt sich nur dadurch erreichen, daß die äußeren Teile, die der Einwirkung des Schwefelkohlenstoffs mehr ausgesetzt sind, zu stark geschwefelt werden. Die Produkte sind Mischungen wechselnder Zusammensetzung, die einen größeren oder geringeren Überschuß an Schwefelkohlenstoff enthalten. Das vorliegende Verfahren will direkt zu einem homogenen Xanthat gelangen, welches durch einfaches Auflösen eine unmittelbar spinnfähige Viskose liefert. Dazu wird die Alkalizellulose sehr gleichmäßig auf 250 Gewte. für 100 Gewte. in Arbeit genommener Zellulose abgepreßt. In so trockenem Zustande ballt sie nicht mehr bei der Behandlung mit Schwefelkohlenstoff zusammen. Die in Flocken zerteilte Alkalizellulose wird ferner während der Schwefelung vor dem Zusammensinken geschützt. Sie wird in dünnen Schichten ohne Rühren der Einwirkung des Schwefelkohlenstoffs ausgesetzt, z. B. in Kästen aus gelochtem Blech von 15—20 cm Tiefe. Diese Kästen sind in einem Behälter so angeordnet, daß sie sich nicht gegenseitig verschließen. Der Schwefelkohlenstoff wird in Dampfform zur Einwirkung

gebracht. Zu diesem Zwecke hat der Behälter einen dichten Verschluss, ferner Einrichtungen, um ihn luftleer zu machen¹⁾ und den Schwefelkohlenstoff im unteren Teile zuzuführen, von wo er sich verteilt, ohne das Niveau der Kästen zu erreichen. Es werden nur 15—20 T. Schwefelkohlenstoff auf 100 T. Zellulose angewendet. Das erhaltene Xanthat ist infolge seiner schwammigen Struktur leicht löslich, es enthält wenig Beimengungen und gibt durch Lösen in Ätzalkali eine nach dem Filtrieren und Entfernen der Luftblasen direkt verspinnbare Viskose.

Nach Bernstein.

424. A. Bernstein. Verfahren zur Herstellung einer Visköselösung mittels Holzzellulose.

Franz. P. 462 147; belg. P. 259 495; Ver. St. Amer. P. 1 121 605.

Die Viskose wird von Nebenprodukten, die sich bei der Einwirkung von Schwefelkohlenstoff auf Alkalizellulose bilden, durch Waschen mit reinem oder angesäuertem Wasser befreit. Die Zellulose wird mit 18%iger Natronlauge 2—3 Stunden behandelt und nach Ablassen der Lauge gepreßt, bis die Masse das 3—4fache der ursprünglichen Zellulose beträgt. Man bringt nun die fein verteilte Alkalizellulose in einen drehbaren Behälter, der nach Art eines Butterfassens angetrieben werden kann. Die entsprechende Menge Schwefelkohlenstoff wird zugesetzt, und nach Bildung des Xanthates gibt man die Masse in einen vertikalen Behälter mit konischem Boden, der mit einem Siebe und einem Entleerungshahn versehen ist. Man füllt den Behälter mit kaltem Wasser und setzt den in dem Behälter vorgesehenen Rührer in Gang. Nach einigen Minuten öffnet man den Entleerungshahn. Es läuft eine rötliche Flüssigkeit ab. Dem kalten Wasser kann man eine geringe Menge einer organischen Säure zusetzen, z. B. Essigsäure. Das Verfahren entfernt nicht nur einen großen Teil der schädlichen Nebenprodukte, sondern auch vollkommen den Schwefelkohlenstoff, der sich durch das kalte Wasser kondensiert und mit ihm abläuft. Es bilden sich mithin in der Lösung der behandelten Viskose keine weiteren Nebenprodukte. Das gereinigte Xanthat gelangt in das Lösungsgefäß, wo es durch schwache Natronlauge gelöst wird. Die Fäden, die mit der so behandelten Viskose hergestellt sind, sind von besonderer Beschaffenheit als die, die man mit nicht gereinigter Viskose erhält.

Nach Courtaulds Ltd., Glover und Wilson.

425. Courtaulds Limited, London, W. H. Glover, Braintree, Essex, und L. Ph. Wilson, Coventry. Verfahren zur Herstellung eines Oxydationsproduktes der Natriumzellulose.

Schweiz. P. 70 744; D.R.P. 323 784 Kl. 12o vom 21. I. 1915 (Prior. England 27. V. 1914); österr. P. 82 086; Ver. St. Amer. P. 1 279 200, 1 279 329, 1 279 328; franz. P. 477 492; brit. P. 13 055¹⁹¹⁴.

Bei der Herstellung von Viskose, Lösungen von Natriumzellulose-xanthogenat, wird zunächst Natriumzellulose durch Eintauchen von

¹⁾ Über die Einwirkung von Schwefelkohlenstoff auf Alkalizellulose im Vakuum vgl. noch P. Joliot, franz. P. 470 141.

Zellulose in Natronlauge von spez. Gew. 1,2 hergestellt. Die überschüssige Natronlauge wird dann entfernt, die Natriumzellulosemasse vermahlen und in Büchsen verpackt, um sie auszureifen oder zu mercerisieren. Die Dauer des Ausreifens oder Mercerisierens und die Temperatur, gewöhnlich zwischen 15 und 20° C, bestimmen die Viskosität der Viskose und richten sich nach den verschiedenen Sorten Zellulose, die zur Anwendung gelangen. Es war bisher angenommen worden, daß die dabei eintretenden Änderungen einer langsamen direkten Einwirkung der Natronlauge auf die Zellulose zuzuschreiben seien, daß die Luft eine schädliche Einwirkung auf die Zellulose ausübe, und daß niedrige Temperatur für die Lagerung und zur Erzielung befriedigender Ergebnisse erforderlich sei. Alle bisherigen Fabrikationsweisen beruhen auf diesen Annahmen. Die Natriumzellulose wurde in dicht verschlossene Kessel verpackt, die vorzugsweise nicht mehr als 100 kg aufnehmen, um den Zutritt der Luft sowie zu starkes Erhitzen infolge der exothermischen Natur der Reaktion zu vermeiden. Das Ausreifen dauerte gewöhnlich mehrere Tage.

Es wurde nun gefunden, daß die Oxydation wesentlich bei den Änderungen, die während des Ausreifens eintreten, mitwirkt. Die gewünschte Wirkung z. B. wird nicht erhalten, wenn man Zellulose, z. B. Holzstoff, in Natronlauge während einiger Tage vollständig eintaucht, eine Zeitdauer, die hinreichend wäre, die Wirkung zu erzielen, wenn nach einem kurzen Eintauchen die Natriumzellulose der Einwirkung der Luft in einem mehr oder weniger beschränkten Raume ausgesetzt würde. Eine Behandlung mit Natronlauge von verhältnismäßig kurzer Dauer, z. B. von 4—5 Stunden, ist hinlänglich, um die gewünschte Wirkung zu erzielen, wenn Sauerstoff oder ein anderes Oxydationsmittel zugeführt wird. Vorliegende Erfindung beruht daher auf der absichtlichen Behandlung der Natriumzellulose mit einem Oxydationsmittel, wie z. B. einem löslichen Peroxyd (Natriumperoxyd, Wasserstoffsuperoxyd oder einer Mischung solcher Peroxyde), einem Hypochlorit, einem Sauerstoff- oder Luftstrom, dem Strome einer Mischung eines oder mehrerer inerte Gase mit Sauerstoff oder Luft usw. Es werden z. B. 2 kg Natriumperoxyd in 200 kg einer 17 $\frac{1}{2}$ %igen Natronlauge gelöst und in die so erhaltene Flüssigkeit werden 5 kg Holzstoff in Vlies- oder Blattform bei einer Temperatur von 18° C während 4—5 Stunden eingetaucht. Das aus der Flüssigkeit herausgenommene Produkt wird dann so weit gepreßt, bis es noch ungefähr 15 kg wiegt und hierauf vermahlen. Es kann sofort durch Einwirkung von Schwefelkohlenstoff in Xanthogenat übergeführt werden. Oder es wird aus Holzstoff hergestellte Natriumzellulose, die in der in der Viskosefabrikation üblichen Weise gemahlen worden ist, in einen Kessel gebracht, den man in Umdrehung versetzt und mittels eines Wassermantels auf einer Temperatur von 40° C hält. Kurz nachdem der Kesselinhalt die Kesseltemperatur angenommen hat, wird ein starker Luftstrom während 4 Stunden durch den Kesselinhalt geblasen. Man läßt dann kaltes Wasser durch den Wassermantel des Kessels fließen, um den Kesselinhalt abzukühlen, und nachdem die Temperatur des letzteren auf die für die Xanthogenatbildung geeignete Temperatur

gesunken ist, kann Schwefelkohlenstoff zugesetzt werden, um die Umwandlung in Viskose zu vollziehen. Durch das beschriebene Verfahren kann die Zeit, um Natriumzellulose auszureifen, erheblich herabgesetzt werden, und zwar bis auf wenige Stunden, während dabei das Verfahren besser überwacht werden kann und auch Zellulosearten, die bisher als ungeeignet betrachtet wurden, mit Erfolg verwendet werden können.

Das D.R.P. 323 784 hat folgende

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Darstellung von Zellulose-xanthogenat, darin bestehend, daß man die in Zellulose-xanthogenat überzuführende Alkalizellulose mit Oxydationsmitteln, wie Sauerstoff, löslichen Peroxyden oder Hypochloriten, behandelt, bis ein zur Erzeugung von Zellulose-xanthogenat geeignetes Produkt entstanden ist.

2. Beim Verfahren gemäß Patentanspruch 1 die Oxydation der Alkalizellulose durch Einwirkung von Luft bei Temperaturen über 30°.

Nach Courtaulds Ltd. und Wilson.

426. Courtaulds Limited, London, und L. Ph. Wilson, Coventry, Großbrit.
Verfahren zur Herstellung eines Oxydationsproduktes der Natriumzellulose.

D.R.P. 323 785 Kl. 12o vom 31. I. 1915 (Prior. Engl. 18. VI. 1914); schweiz. P. 71 681; österr. P. 82 087; Ver. St. Amer. P. 1 279 200; franz. P. 477 493; brit. P. 14 675¹⁹¹⁴.

Bei der Herstellung gewisser Zelluloseverbindungen, z. B. Viskose, bestehen die ersten Herstellungsstufen darin, daß man durch Behandeln von Zellulose mit Natronlauge Natriumzellulose herstellt, die man vor der Umwandlung in Xanthogenat ausreifen läßt oder mercerisiert, wobei infolge der Einwirkung der Atmosphäre eine Oxydation eintritt. Dieses Ausreifen wurde stets vorgenommen, trotzdem man bisher glaubte, dem Eintreten einer Oxydation vorbeugen zu müssen. In dem schweiz. P. 70 744 (s. vorstehend) ist dargetan, daß eine wirkungsvolle Oxydation wünschbar ist, und daß die Fabrikation wesentlich beschleunigt werden kann durch Zufuhr von Oxydationsmitteln, wie z. B. Luft, Sauerstoff, Peroxyden und Hypochloriten.

Es wurde nun gefunden, daß die Oxydation wesentlich unterstützt wird durch den Zusatz eines Katalysators. Katalysatoren sind z. B. die Oxyde oder Hydroxyde gewisser Metalle, besonders die Eisen-, Nickel- und Kobaltoxyde oder -hydroxyde. Es werden z. B. 5 kg Holzstoff in Vliesen oder Blättern in eine Ferrosulfatlösung, die 0,6% kristallisiertes Ferrosulfat enthält, eingetaucht, ausgepreßt, bis die zurückbleibende Masse noch 8,5 kg beträgt und getrocknet. Die Zellulose enthält ungefähr 21 g Ferrosulfat. Die so behandelte Zellulose wird darauf zunächst während 2 Stunden in eine NatronlaugeLösung von 17,5% NaOH-Gehalt eingetaucht, wobei sich eine eisenhydroxydhaltige Natriumzellulose bildet, die man bis zu einem Gewicht von ungefähr 16 kg auspreßt. Hierauf wird sie gemahlen und oxydieren gelassen, indem sie 15–20 Stunden, was ungefähr den vierten Teil der bisher gebrauchten Zeit darstellt, in den üblichen geschlossenen Büchsen

eingeschlossen oder einem Luftstrom bei ungefähr 40° C während ungefähr 1 Stunde ausgesetzt wird. Als Katalysatoren können auch Cer- oder Vanadinoxyde oder -hydroxyde verwendet werden.

Das D.R.P. hat folgenden

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von Zellulosexanthogenat durch Einwirkung von Schwefelkohlenstoff auf Alkalizellulose, die mit Oxydationsmitteln vorbehandelt worden ist, dadurch gekennzeichnet, daß die Oxydation der Alkalizellulose in Gegenwart eines als Katalysator wirkenden Oxyds oder Hydroxyds des Eisens, Nickels, Kobalts, Cers oder Vanadiums stattfindet.

Nach Société anonyme Soie de St. Chamond.

427. Société anonyme Soie de St. Chamond, St. Chamond, Frankreich. Verfahren zur Herstellung einer Viskoselösung zur Erzeugung künstlicher Seide usw.

Schweiz. P. 71 312; franz. P. 474 777; brit. P. 24 291¹⁹¹⁴.

In üblicher Weise hergestellte Viskose enthält viel nicht mit Zellulose verbundenes Ätznatron, und eine Fällung von Zellulosehydrat erhält man nur durch Neutralisieren dieses Ätznatrons, man verbraucht also viel Fällungsmittel. Nach der Erfindung wird das Alkalizellulosexanthogenat nicht mehr in Wasser oder verdünnter Alkalilauge gelöst, sondern in einer wäßrigen Lösung eines oder mehrerer saurer Salze, besonders solcher schwacher Säuren. Dadurch wird das freie Ätznatron des Xanthates und ein Teil des mit der Zellulose verbundenen Alkalis neutralisiert¹⁾ und das Xanthat dem neutralen Xanthat nahegebracht, d. h. dem, welches im Molekül nur 1 Atom Alkalimetall enthält. Besonders verwendet werden Alkalikarbonate oder -bisulfite oder saure Phosphate in solcher Menge, daß das freie und ein Teil des gebundenen Alkalis neutralisiert werden. Man verwendet z. B. von Natriumbisulfit 10—15 kg auf 100 kg Zellulose oder 8—12 kg Natriumkarbonat oder 13—20 kg Dinatriumphosphat. Man erhält so eine Viskoselösung, die kein freies Alkali mehr enthält, sie braucht daher weniger Fällungsmittel als die übliche alkalische Lösung.

Nach Linkmeyer und Hoyer mann.

428. R. Linkmeyer, Barby a. E., und H. Hoyer mann, Hannover. Verfahren zur Herstellung verbesserter, haltbarer Viskoselösungen.

D.R.P. 312 392 Kl. 29b vom 17. XI. 1917 (gelöscht).

Bekanntlich gehen die Lösungen von Zellulosexanthogenaten (Viskose) nach Erlangung des für die Fadenbildung besonders geeigneten sog. Reifezustandes sehr bald unter weiterer Umsetzung in einen für den Zweck weniger geeigneten sog. überreifen Zustand über.

Es hat sich gezeigt, daß man durch Zusatz von Stoffen, die Amid- oder Imidgruppen enthalten oder sich in der Viskoselösung unter Bil-

¹⁾ Siehe Ver. St. Amer. P. 896 715. S. 447.

ding solcher Gruppen umsetzen können, nicht allein die Haltbarkeit der Viskose verbessern, sondern daß man auch durch diese Beimischungen einen erheblichen technischen Erfolg durch Verbesserung der aus Viskose herzustellenden Gebilde, wie Fäden, Filme u. dgl. erzielen kann, namentlich, wenn man den Fällungsbädern Formaldehyd zusetzt. Als besonders geeignet für diese Zusätze sind bisher folgende Verbindungen erprobt worden: Harnstoff, Harnstoffderivate, Cyanamid, Dicyandiamid, Guanidin und Guanidinderivate, Säureamide wie Acetamid usw., die Urethane und Cyanate, sowie die entsprechenden schwefelhaltigen Verbindungen, wie Thioharnstoffe, Senföle und Rhodanverbindungen. Diese Verbindungen können als solche oder, soweit sie dazu befähigt sind, mit durch Kondensation mit Aldosen maskierter Amidgruppe der Viskoselösung zugemischt werden. Die Haltbarkeit der Viskoselösungen wird dadurch so weit vermehrt, daß man noch nach Wochen gute Fadenbildung damit erzielen kann, und daß die Fäden sich durch große Stärke auszeichnen, gegen Wasser aber, namentlich bei der Benutzung eines Formaldehyd enthaltenden Fällungsbades, besonders unempfindlich sind. Es wird z. B. zu einer in bekannter Weise hergestellten Viskoselösung nach erreichtem Reifezustand oder auch früher eine kleine Menge der benannten Zusätze, am besten vorher in Wasser gelöst, eingerührt. Bei Harnstoff z. B. genügen etwa 2% vom Gewicht der Zellulose; Cyanamid wird vorteilhaft in Verbindung mit Aldosen angewandt. Zu dem Zwecke werden z. B. 50 g Kalkstickstoff mit einer Zucker- oder Melasselösung, welche 100 g Zucker in 250 g Wasser enthält, verrührt. Nach beendeter Einwirkung (der Zucker bildet mit dem Cyanamid eine Verbindung) wird die klare Lösung vom Unlöslichen getrennt und mitgelöster Kalk durch Kohlensäure gefällt. Dieses Präparat wird dann der Viskoselösung zugegeben, und zwar in solchen Mengen, so daß etwa 4% Zucker auf die gelöste Zellulose verwendet werden.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung verbesserter, haltbarer Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man den Viskoselösungen Stoffe zusetzt, die Amid- oder Imidgruppen enthalten oder sich unter Bildung solcher Gruppen umsetzen können.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Harnstoff, Harnstoffderivate, Cyanamid, Dicyandiamid, Guanidin, Guanidinderivate, Säureamide, Urethane, Cyanate, Thioharnstoff, Senföle und Kondensationsprodukte der dafür geeigneten genannten Körper mit Aldosen verwandt werden.

Nach Linkmeyer.

429. R. Linkmeyer, Salzuffen. Verfahren zur Herstellung von Zellulosexanthogenatlösungen, welche sich besonders für die Spinnfaserfabrikation eignen.

D.R.P. 337 672 Kl. 29b vom 31. V. 1919 (gelöscht).

Es wurde gefunden, daß man aus ungebleichter, also roher brauner Zellulose, wie sie zur Papier- und Pappenfabrikation gebraucht wird, hochkonzentrierte Zellulosexanthogenatlösungen herstellen kann, die alle Eigenschaften besitzen, die man von einer guten Spinnlösung

fordert. Eine derartige Lösung kann man herstellen, wenn man den rohen braunen Zellstoff mit Säuren kocht. Die aus derartigen Stoffen erhaltenen Fäden sind nicht, wie man erwarten müßte, spröder, sondern sogar stärker als die aus gebleichter Zellulose hergestellten. Da überdies die nach dem Viskoseverfahren hergestellten Fäden stets gelblich oder bräunlich gefärbt sind, trotzdem gebleichter Zellstoff benutzt wurde, so ist die Verwendung gebleichten Zellstoffs eigentlich zwecklos, da die Fäden doch gebleicht werden müssen, falls weißes Material in den Handel gebracht werden soll. Die Verwendung roher brauner Zellulose ist also ein Fortschritt, um so mehr, als die erhaltenen Spinnfasern eine hohe Zerreißfestigkeit besitzen. Die Einwirkung der Säure soll nicht so weit gehen, daß die Zellulose in die spröde Modifikation übergeht, sie soll aber auf alle Fälle stärker sein als es für gewöhnlich in der Literatur angegeben ist.

100 kg rohe braune Zellulose werden z. B. etwa 2 Stunden in einem offenen Kessel mit Wasser gekocht, welches $\frac{1}{2}\%$ HCl enthält. Die Fasermasse wird nach dem Kochen ausgewaschen, durch Schleudern vom Wasser getrennt und 2 Stunden lang in Natronlauge von 25° Bé eingelegt, dann abgepreßt und mit 37 l Schwefelkohlenstoff bei 25 bis 30° 2 Stunden behandelt, mit 150 l Natronlauge von 10° Bé verrührt und einige Zeit darauf mit Wasser so weit verdünnt, daß eine 12% ige Lösung entsteht. Die Lösung eignet sich vorzüglich zum Verspinnen in frischem Zustand. Als Fällmittel können verdünnte Säuren oder auch Fällbäder mit Zusätzen wie Zuckerarten und Aldehyden angewendet werden. Im letzteren Falle besitzen die Fäden aus frischer Zelluloselösung einen starken Seidenglanz. Bei verdünnten Säuren als Fällmittel ist auch ein Seidenglanz, jedoch nicht so stark, zu bemerken. Auffällig ist, daß nach dem vorliegenden Verfahren behandelte Zellulose nur einer Einwirkungsdauer der Natronlauge von 1–2 Stunden bedarf, während in allen bekannten Lösungsverfahren betont wird, daß die Einwirkungsdauer der Natronlauge mehrere Tage betragen soll. Die Fasern eignen sich infolge ihrer hohen Zerreißfestigkeit besonders zur Herstellung von Baumwollersatz. Die Zerreißfestigkeit und der Glanz verläuft steigend mit dem Gehalt an Zellulose in den Lösungen. Man erhält z. B. mit 12 – 15% igen frischen Viskoselösungen beim Verspinnen in Säuren Fäden mit höherer Zerreißfestigkeit und stärkerem Seidenglanz als beim Verspinnen mit 7% igen Lösungen. Dieses läßt sich auch auf gebleichte Stoffe anwenden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zellulosexanthogenatlösungen, welche sich besonders für die Spinnfaserfabrikation eignen, dadurch gekennzeichnet, daß roher brauner Zellstoff vor dem Auflösen mit Säuren gekocht wird.

430. R. Linkmeyer, Salzuffen. Verfahren zur Herstellung von Zellulosexanthogenatlösungen, welche sich besonders für die Spinnfaserfabrikation eignen.

D.R.P. 344 749 Kl. 29b vom 2. VIII. 1919, Zus. z. D.R.P. 337 672 (gelöscht).

Im Hauptpatent (s. vorstehend) ist gezeigt, daß für die Herstellung verspinnbarer Xanthogenatlösungen aus rohem braunen Zellstoff dessen

Vorbehandlung durch Kochen mit verdünnten Säuren am Platze ist. Es hat sich nun gezeigt, daß diese Vorbehandlung nicht auf die eine Ausführungsart mit schwacher Säure beschränkt ist, sondern daß es ganz allgemein genügt, den rohen Zellstoff oder die darin enthaltene Zellulose einer teilweisen Hydrolyse oder Hydratation zu unterwerfen. Man kann ihren geeigneten Grad erreichen, wenn man, wie im Hauptpatent angegeben, mit einer 0,5%igen Salzsäurelösung kocht. Man kann indessen mit der Verdünnung der Säure auch noch weiter gehen, wenn das Kochen in geschlossenem Gefäß unter Druck bei erhöhter Temperatur vorgenommen wird. Der geeignete Grad der Hydratation läßt sich aber auch durch Behandeln mit konzentrierterer Säure bei niedriger Temperatur oder bei kürzerer Einwirkungsdauer der Säure auf den Zellstoff erreichen. Im allgemeinen braucht somit bei Anwendung konzentrierterer Säure zur Erreichung des gewünschten Zieles die Temperatur nur niedriger oder die Einwirkungsdauer kürzer zu sein als mit verdünnter Säure. Wesentlich ist, die Aufschließung des rohen Zellstoffs nicht zu weit gehen zu lassen, da bei zu langer Dauer der Behandlung oder zu kräftiger Säureeinwirkung einerseits durch weitergehende Hydrolyse ein Verlust an Zellulose entsteht, andererseits die Zellulose in eine spröde Modifikation übergeht, die für die Faserbildung weniger geeignet ist. Der geeignete Zeitpunkt für die Unterbrechung der Säureeinwirkung ist z. B. durch Prüfung entnommener Proben leicht festzustellen und für gleichbleibende Versuchsbedingungen ziemlich genau festlegbar.

Beispiel 1. Statt mit 0,5%iger Salz- oder Schwefelsäure im offenen Gefäß zu kochen, wird der rohe braune Zellstoff in einem säurefesten Kessel mit einer etwa 8%igen Schwefelsäure verrührt, hingegen die Temperatur während ein bis mehrerer Stunden nur auf 40–50°, z. B. unter Benutzung von indirektem Dampf, gehalten. Sobald das Gut den gewünschten Grad der Veränderung erfahren hat, wird es abgesaugt, gewaschen und unmittelbar in Natronzellulose übergeführt.

Beispiel 2. Der rohe braune Zellstoff wird mit einer etwa 2%igen Lösung von Schwefelsäure verrührt und einige Stunden auf 80° gehalten. Der Endpunkt der Behandlung wird wie in Beispiel 1 festgestellt, und im übrigen wird wie dort verfahren.

Beispiel 3. Der rohe braune Zellstoff wird mit 0,2%iger Salz- oder Schwefelsäurelösung verrührt und bei etwa 0,5 Atm. Überdruck während einiger Stunden bei der entsprechenden Temperatur gekocht, bis wie in Beispiel 1 der gewünschte Endzustand erreicht ist und im übrigen wie dort verfahren werden kann.

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens nach D.R.P. 337672, dadurch gekennzeichnet, daß der rohe braune Zellstoff mit konzentrierterer Säure bei niedrigerer Temperatur oder mit verdünnterer Säure bei höherer Temperatur als im D.R.P. 337 672 angegeben vorbehandelt wird.

Denselben Gegenstand betrifft das franz. P. 531 651 und das brit. P. 185 433 vom 4. III. 1921 der Technochemia A.-G., Glarus.

431. R. Linkmeyer, Bad Salzuffen. Verfahren zur Herstellung von Zellulosexanthogenat.

D.R.P. 394 436 Kl. 12o vom 5. VII. 1919 (gelöscht).

Wird ungebleichter, also naturfarbiger Zellstoff einer bestimmt bemessenen Vorbehandlung mit verdünnter Salz- oder Schwefelsäure unterworfen, so kann man daraus in ökonomischer Weise verhältnismäßig konzentrierte Viskoselösung und aus dieser naturfarbige Kunstfäden von bemerkenswerter Güte erhalten.

Versuche haben gezeigt, daß dieses Verfahren sich auch sehr vorteilhaft für gebleichten sog. reinen Handelszellstoff verwenden läßt. Es enthält nämlich auch gebleichten Sulfitzellstoff, wie auch Natronzellstoff, ersterer mehr, letzterer weniger, immer noch Stoffe, die in der weiteren Fabrikation stören und bei der Säurebehandlung und nachfolgendem Waschen mit verschwinden. Diese Stoffe spielen indessen in vorliegendem Verfahren eine geringere Rolle. Selbst nach dem D.R.P. 219085¹⁾ veredelter Zellstoff kann nicht mit geringeren Mengen, als 1 Mol. Zellstoff auf 2 Mol. Ätznatron und 1 Mol. Schwefelkohlenstoff entspricht, zu 15- und mehr%igen Zelluloselösungen verarbeitet werden, die gute Fäden geben. Erst die sachgemäße Behandlung mit schwacher Säure bewirkt dies. Die Säurebehandlung darf aber ein gewisses Maß nicht überschreiten, so daß die Bildung der „spröden“ Modifikation der Zellulose, der Hydrozellulose, vermieden wird, da diese zu unbrauchbaren Erzeugnissen führen würde. Bei der Einwirkung der sehr verdünnten Säure muß Zeitdauer, Temperatur und Konzentration überwacht und die Reaktion unterbrochen werden, sobald der Beginn der Bildung von Hydrozellulose festgestellt wird. Das neue Verfahren gewährleistet eine aus ökonomischen Gründen erwünschte besonders leichte Löslichkeit des aus der so vorbereiteten Zellulose hergestellten Xanthogenats, und es werden statt brüchiger, wertloser Fäden feste glänzende Fäden aus richtig vorbehandeltem Zellstoff erhalten.

Die beschriebene bestimmt bemessene Einwirkung der Schwefel- oder Salzsäure auf den gebleichten Zellstoff scheint diesen in ganz bestimmter Weise chemisch zu verändern. Der erzielte chemische Zustand der Zellulose ist jedenfalls neuartig, wie aus dem erzielten Effekt hervorgeht. Die daraus erzeugte Viskose ist auch bei hoher Konzentration leichtflüssig, und man braucht Schwefelkohlenstoff und Natronlauge nur in Mengen von etwa 10% unter der Theorie zu verwenden. Die Erzeugung konzentrierter Viskoselösungen war aber seit jeher das Ziel der Techniker, weil man sich mit Recht besonders feste und vorteilhafte Produkte aus solch konzentrierter Lösung versprach. Die bisherigen Methoden, durch eine Säurevorbehandlung den Zellstoff zu verändern, haben den neuen Effekt nicht erreichen lassen, weil der Konzentration der Säure, der Temperatur und dem Druck nicht die notwendige Aufmerksamkeit geschenkt wurde. Die erhaltenen Viskose-

¹⁾ Siehe S. 670.

lösungen zeichnen sich, besonders wenn die Überführung der vorbehandelten Zellulose in Xanthogenat bei niedriger Temperatur, z. B. 5° C, vorgenommen und die Lösung bis zum Verspinnen bei der niedrigen Temperatur erhalten wird, u. a. auch wegen ihrer hohen Konzentration dadurch aus, daß sie schon in salzarmen oder salzfreien Bädern zu glänzenden Fäden versponnen werden können, und zwar ohne vorgängige längere Reifung. Selbstverständlich eignen sich auch alle die sonst bekannten Viskose-Fällbäder zur Verarbeitung der aus dem mit schwacher Säure behandelten Zellstoff gefertigten konzentrierten Viskoselösung.

Beispiel. Gebleichter Zellstoff, Natron- oder Sulfitzellstoff, wird in offenem Gefäß mit einer 0,5%igen Lösung von Salzsäure oder Schwefelsäure oder Gemischen von beiden Säuren etwa 2 Stunden durch eine hineingelegte Heizschlange auf gegen 100° C erwärmt, dann mit Wasser ausgewaschen und abgeschleudert.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zellulosexanthogenat, dadurch gekennzeichnet, daß in Xanthogenat überzuführender gebleichter Handelszellstoff mit sehr verdünnter Salz- oder Schwefelsäure unter Vermeidung der Bildung der spröden Modifikation der Zellulose, der Hydrozellulose, durch Beschränkung von Einwirkungsdauer, Temperatur und Säurekonzentration behandelt wird.

Nach Thilmany.

432. A. Thilmany, Godesberg. Verfahren zur Herstellung ausgereifter Alkalizellulose und ihrer sofortigen Überführung in reifes Xanthogenat.

D.R.P. 328 035 Kl. 29b vom 15. III. 1919 (gelöscht).

Das Verfahren bezweckt eine wesentliche Vereinfachung und Kürzung in der Herstellung von Viskose.

Während Vorrichtungen bekannt sind [französische Patentschrift 402 804, britische Patentschrift 20 593 vom Jahre 1909¹⁾], welche gestatten, eine Reihe von Maßnahmen in einem und demselben Apparat durchzuführen, kann das vorliegende Verfahren in jedem beliebigen, mit Heizvorrichtung und Rührwerk versehenen geschlossenen Apparat ausgeführt werden. Zweckmäßig sind die bekannten Zerfaserermaschinen. Während ferner die schweizerische Patentschrift 70 744²⁾ ein Abpressen und Vermahlen der Masse erforderlich macht, oder nach Beispiel II von einem fertigen Produkt, aus Holzstoff hergestellter Natriumzellulose, ausgeht, gestattet das vorliegende Verfahren die Herstellung ausgereifter Alkalizellulose und ihre Überführung in ausgereiftes Xanthogenat in kürzester Frist in einem und demselben Apparat. Endlich ist es bekannt, Viskoselösungen im Vakuum einzudicken und dabei auszureifen [Patentschrift 223 736³⁾]. Die Patentschrift geht aber von einer erst hergestellten Viskoselösung aus, welche dann eingedickt wird und dabei ausreift.

¹⁾ Siehe S. 383. — ²⁾ Siehe S. 392. — ³⁾ Siehe S. 376.

Das vorliegende Verfahren vermeidet die Herstellung der Viskoselösung, reift vielmehr das Xanthogenat sofort in der Entstehung aus. Das Verfahren ist folgendes: Zellulose wird mit Alkalilösung von etwa 15° Bé bei 35–40° im Vakuum vermahlen, bis die Hälfte des Wassers verdampft ist und das Alkali die übliche Stärke erhalten hat. Bleibt der Luftsauerstoff ausgeschaltet, so ersetzt man ihn durch einen geeigneten Sauerstoffträger, wie Wasserstoffsuperoxyd oder Peroxyde. Die Alkalizellulose ist bei ihrer Fertigstellung auch bereits ausgereift, wird weder abgepreßt noch sonstwie angefaßt, sondern sogleich in Xanthogenat überführt. Sie wird dazu unter fortwährendem Vermahlen im Vakuum bei gleichbleibender erhöhter Temperatur (35–40°) mit Schwefelkohlenstoff versetzt, wodurch Xanthogenat gebildet und sofort ausgereift wird, so daß nach Vollendung des Vorganges eine transparente, orangerote, leimartige Masse, das ausgereifte Xanthogenat, vorliegt, welches nur noch in verdünntem Alkali zu lösen ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung ausgereifter Alkalizellulose und ihrer sofortigen Überführung in reifes Xanthogenat in einem Arbeitsgange und unter Vermeidung unterbrechender oder verzögernder Maßnahmen, dadurch gekennzeichnet, daß man Zellulose oder dergleichen Stoffe mit Alkalilösung von etwa 15° Bé im Vakuum bei erhöhter Temperatur vermahlt, wobei das Wasser so weit verdampft wird, daß das Alkali auf die übliche Stärke angereichert wird, worauf der gebildeten und den nötigen Reifegrad besitzenden Alkalizellulose ebenfalls im Vakuum und bei gleichbleibender Temperatur die erforderliche Menge Schwefelkohlenstoff zugesetzt wird, wodurch Xanthogenat gebildet und sofort ausgereift wird, so daß es nur noch zu lösen ist.

Nach Pulverfabrik Skodawerke-Wetzler A. G.

433. Pulverfabrik Skodawerke-Wetzler A. G., Wien. Verfahren zur Darstellung von schwefelhaltigen Zelluloseverbindungen. D.R.P. 362 753 Kl. 12o vom 20. VI. 1920 (gelöscht), (Prior. Österr. 3. V. 1918).

Es wurde gefunden, daß man zur Erzeugung viskoseähnlicher Produkte geeignete Verbindungen herstellen kann, wenn statt Schwefelkohlenstoff Kohlenstoffoxydsulfid (COS) verwendet wird. Diese Entdeckung ist überraschend, da es bisher nicht gelungen ist, mittels Kohlenstoffoxydsulfids (COS) derartige Zelluloseverbindungen herzustellen (vgl. Schwalbe: Die Chemie der Zellulose, S. 336, und Ber. d. Deutschen Chem. Ges. Bd. 26 [1893], S. 1097).

Zur Ausführung des Verfahrens werden gebleichte oder ungebleichte Zellulose in jeder Form, in der sie sich im Pflanzenreich darbieten, z. B. Baumwolle, Holzzellstoff jeder Art, Flachs, Ramiefaser, Jute od. dgl., oder zellulosehaltige Stoffe, z. B. Reisschalen, Esparto, Stroh, Holzschliff od. dgl., in bekannter Weise mit Alkalien in Lösung behandelt und das erzielte Produkt, die sog. Alkalizellulose, der Einwirkung von Kohlenstoffoxydsulfid (COS) unterworfen. Je nach dem Alkaligehalte

der Imprägnierungsflüssigkeit und nach dem Abpressungsgrad der imprägnierten Alkalizellulose wird man entweder von der Alkalizellulose der Formel: $C_6H_{10}O_5 \cdot 2 ROH$ (wobei R ein Alkalimetall bedeutet) oder von einer Alkalizellulose ausgehen, welche einen Überschuß an Alkali aufweist. Das Verfahren ist auch mit Zellulose ausführbar, die mit hydrolysierenden Mitteln (z. B. verdünnten Säuren u. dgl.) oder oxydierenden Mitteln (z. B. Bleichmitteln u. dgl.) vorbehandelt wurde.

Beispiel. Nach der Vorschrift von Klason: Jahrb. f. prakt. Chem. Bd. 36/2, S. 64—72 werden 50 ccm einer kaltgesättigten Rhodankaliumlösung in einem Kolben mit einer Mischung von 400 g Wasser und 500 g Schwefelsäure bei etwa 30° C in Reaktion gebracht; das entweichende Gas wird mit Natronlauge und Schwefelsäure gewaschen und in 75 ccm mit Kältemischung gekühlten Äthers geleitet. Diese Lösung läßt man vorteilhaft unter häufigem Schütteln bei Zimmertemperatur auf eine Zellulose einwirken, die wie folgt mit Alkali vorbehandelt ist: 10 g Zellulose werden mit 100 g 16—25% iger Natronlauge getränkt, über Nacht bei Zimmertemperatur stehengelassen und dann auf 25—40 T. abgepreßt, zerkleinert und in bekannter Weise einem 1—3 Tage umfassenden Reifprozeß bei 12—20° C unterworfen. Dann wird die Alkalizellulose mit der oben beschriebenen Ätherlösung des Kohlenstoffoxysulfids (COS), vorteilhaft unter Schütteln, behandelt. Hierauf wird der Überschuß von COS entfernt und das Produkt in Wasser, oder wenn nötig, in Alkalilauge gelöst. Es ist wesentlich, daß die Entfernung des Überschusses von COS stattfindet, bevor die aus dem COS in Gegenwart von Alkali und Wasser entstehenden Zersetzungsprodukte die gewonnene Zelluloseverbindung unlöslich machen, was im allgemeinen in äußerst kurzer Zeit nach erfolgter Reaktion eintritt; es muß infolgedessen sehr rasch gearbeitet werden. Die Zeit, die hierfür zur Verfügung steht, läßt sich durch Abänderung der Alkalikonzentration und der Temperatur innerhalb gewisser Grenzen regeln. Man erzielt eine viskose, schleimige Lösung, welche in bekannter Weise, ähnlich wie die Viskose, auf künstliche Fäden u. a. m. verarbeitet werden kann.

Statt der im Beispiel genannten Konzentration der Ätherlösung können auch andere Lösungen und statt des Äthers andere Lösungsmittel verwendet werden. Ebenso kann man die Reaktion auch durch Hindurchleitung von gasförmigem Kohlenstoffoxysulfid durch Alkalizellulose vollziehen.

Die neue Zelluloseverbindung kann einer Reinigung unterworfen werden, indem man sie aus ihren Lösungen aussalzt oder durch Alkohol ausfällt und wieder auflöst.

Patentanspruch: Verfahren zur Darstellung von schwefelhaltigen Zelluloseverbindungen durch Behandlung von Zellulose oder zellulosehaltigen Stoffen mit Alkalilauge und Kohlenstoffoxysulfid (COS), dadurch gekennzeichnet, daß unmittelbar nach erfolgter Reaktion der Überschuß von Kohlenstoffoxysulfid entfernt wird, bevor Zersetzungen eintreten, die das Produkt unlöslich machen.

Nach Müller.**434. R. Müller, Eilenburg.** Verfahren zur Herstellung von Viskose.

Brit. P. 153 444 vom 9. X. 1919; franz. P. 519 545; schweiz. P. 85 709.

Zur Bereitung der Viskose dient elektrolytisch hergestelltes Ätznatron. Bei seiner Herstellung entstehen Chlor und Wasserstoff, die z. B. in einem Explosionsmotor zu Salzsäure vereinigt werden. Die Salzsäure dient zum Fällern der Viskosefäden, das dabei gebildete Chlor-natrium kehrt in den Kreislauf zurück.

Nach Borzykowski.**435. B. Borzykowski, Cleveland, Ohio, V. St. A.** Verfahren und Vorrichtung zum Entlüften von Massen, insbesondere für die Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 411 313 Kl. 29b vom 10. VII. 1920 (Prior. Ver. St. Amer. 13. VIII. 1917); Ver. St. Amer. P. 1 357 946 u. 1 357 947; brit. P. 149 296; franz. P. 520 714; schweiz. P. 90 363.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren und eine Vorrichtung, mittels welcher man die Masse innerhalb der Behälter und Spinnleitungen nicht nur völlig von Luft und unerwünschten Dämpfen in einfacher Weise befreien kann, sondern welches auch ermöglicht, den Überschuß der Lösungsmittel oder Gelatinierungsmittel zurückzugewinnen. Die Erfindung gründet sich auf die Beobachtung, daß man ohne Anwendung besonderer Vorrichtungen, nur mittels der üblichen Behälter und Leitungen zu den Ergebnissen gelangt, wenn man die Massebehälter mit schirm- (kuppel-) artig ausgebildeten Flächen versieht, auf welche man die Masse nach Evakuieren der Behälter langsam in dünner Schicht unter fortgesetztem Evakuieren auflaufen läßt und die so evakuierte Masse mittels Vakuum durch die Feinfilter und Spinnleitung nach deren Evakuierung leitet, ferner, daß sich Massen, die mit einem Überschuß von Lösungs- oder Gelatinierungsmitteln hergestellt wurden, bedeutend leichter verarbeiten, filtrieren und entlüften lassen, bzw. daß Massen, denen irgendeine leichtflüchtige, für die Masse indifferente Lösung beigemischt wird, sehr viel zur Entfernung der Luftblasen und überschüssiger Lösungsmittel mittels Vakuum beitragen. An Hand der Fig. 202 soll das Verfahren erläutert werden.

Im Behälter 1 befindet sich eine Masse, die behufs Erzielung vollkommener Gleichmäßigkeit mit einem Überschuß von Lösungs- oder Gelatinierungsmitteln hergestellt wurde, oder welcher man irgendeine indifferente, aber möglichst leichtflüchtige Lösung beigemischt hat (z. B. Schwefeläther bei einer Viskosemasse), und die in bekannter Weise durch Filter von den größeren Verunreinigungen befreit wurde. 2 und 3 stellen die Behälter dar, aus welchen die Masse nach Öffnung der Ventile 4 und 5 in das Zuleitungsrohr 6 und nach Öffnung der Ventile 7 und 8 in die Filter 9 und 10 gelangt. Die Filtervorrichtungen 9 und 10, welche zu vollkommener Nachfiltration dienen, sind mit dem Spinnrohr 12 durch die Leitung 13 verbunden. Das Spinnrohr 12 hat

so viele Spinnhähne 14 als erforderlich und ist am äußersten Ende an eine Vakuumvorlage *C*, welche einen Absperrhahn 16 besitzt, angeschlossen. Von der Vakuumleitung 15 zweigt eine zweite Leitung 17 an dem Absperrventil 16 *a* ab und mündet in die in den unteren Teilen der Filter 9 und 10 angebrachten Ventile 18 und 19 und in die in den Deckeln der Behälter 2 und 3 befindlichen Absperrventile 20 und 21. Die Vakuumleitungen 15 und 17 münden in das Vorlagegefäß *C*, welches mit einem Schauglas *C* 1 versehen ist, ein, während die Hauptvakuumleitung 17 *a* an die Vorlage *C* angeschlossen und im Vorwärmer 22 als Schlangenrohr 23 ausgebildet ist. Diese Rohre 23 können durch heißes Wasser oder Dampf, durch den Zuleitungsstutzen 24 zugeführt, erwärmt werden. 25 ist die Ableitung für den Dampf oder Wasser,

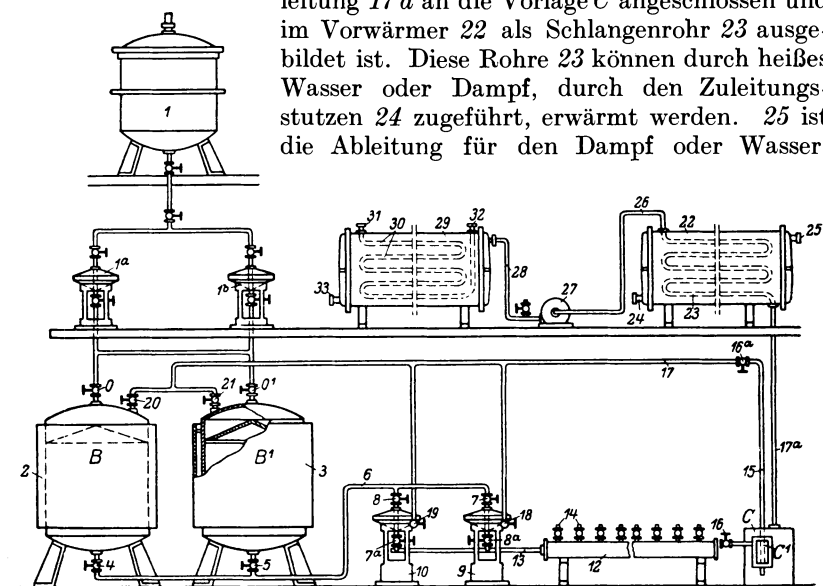


Fig. 202.

26 ist das Verbindungsrohr zur Vakuumpumpe 27, während 28 das Verbindungsrohr zum Kondensator 29 darstellt. 30 ist die Kühlanlage im Kondensator, in welche bei 31 das Kühlmittel eintritt und bei 32 austritt. Das Kondensat wird bei 33 abgeleitet.

Die Arbeit geht nun folgendermaßen vor sich:

A. Wenn das System leer ist und man beide Behälter 2 und 3 mit luft- und gasfreier Masse beschicken und durch die Feinfilter 9 und 10 nebst Spinnleitung 12 bringen will, werden die Hähne 0 und 0¹, 4 und 5 geschlossen und die Hähne oder Ventile 7, 8, 20, 21, 18, 19, 16 und 16 *a* geöffnet. Die Vakuumpumpe 27 wird in Betrieb gesetzt, und sobald das Vakuummeter eine genügende Luftleere im System anzeigt, werden die Hähne 0 und 0¹ aufgemacht, und man läßt die Masse aus dem Behälter 1 durch die Filter auf die schirmartig ausgebildeten Bleche *B* und *B*¹, die in einiger Entfernung von den Deckeln und Wandungen der Behälter 2 und 3 gelagert sind, aufließen. Die Masse verteilt sich in dünner Schicht auf den Blechen, so daß die Vakuumpumpe alle Luftblasen und Gase der Masse, während diese auf die Bleche aufläuft und

von diesen längs der Wandungen der Behälter 2 und 3 abfließt, entfernt. Man hat es also in der Hand, je nach der Zulaufgeschwindigkeit der Masse und der Höhe des Vakuums die Masse von Luftblasen und den überschüssigen Gasen zu befreien. Sind die Behälter 2 und 3 gefüllt, so werden die Hähne und Ventile 0, 0¹, 18, 19, 20, 21 und 16a geschlossen und die Hähne 4, 5, 7, 7a, 8a und 16 geöffnet. Die Vakuumpumpe arbeitet solange weiter, bis die Masse, mittels Vakuums durch die luftleeren Filter und Spinnleitungen durchgesaugt, in die Vorlage C zu fließen beginnt. In diesem Zeitpunkt schließt man Ventil 16, und man hat das ganze System mit luft- und gasfreier Masse gefüllt. Das Nachbefördern der Masse durch das luftleere System (Spinnleitung) und die Spinnvorrichtungen für einen fortlaufenden Betrieb geschieht sodann in bekannter Weise durch Aufsetzen von Luftdruck auf die Masse in den Behältern 2 und 3, durch Eigengewicht od. dgl.

B. Wenn einer der Behälter 2 und 3 leer ist und man ihn mit luft- und gasfreier Masse in der Zeit beschicken will, während aus dem anderen die Masse durch die Filter- und Spinnleitung verarbeitet wird, verfährt man wie folgt: Man schließt den Austrittshahn des leerwerdenden Behälters am vorteilhaftesten, wenn noch etwas Masse in diesem Behälter sich befindet, damit keine Luft, die die Masse aus dem Behälter herauspreßt, in das Zuleitungsrohr 6 gelangen kann, und läßt die im Behälter sich befindende komprimierte Luft entweichen. Hierauf wird der Behälter mittels Vakuumpumpe evakuiert und sobald das Vakuummeter einen genügenden Unterdruck im Behälter aufweist, wird der Zuleitungshahn 0 geöffnet, während 0¹ des zweiten Behälters geschlossen ist. Die Masse verteilt sich, wie vorstehend beschrieben, auf dem schirmartigen Blech B in dünner Schicht und wird vollkommen entlüftet. Die mit der Vakuumpumpe ausgesaugten Gase werden, wenn nötig, im Vorwärmer 22 angewärmt, und da sie praktisch luftfrei sind, lassen sie sich im Kondensator 29 durch Kondensation in der ursprünglichen Form regenerieren.

Es ist selbstverständlich, daß die Regenerierung der Gase auch in anderer Weise, z. B. durch Absorption und Destillation, sich erreichen läßt, ohne an dem Wesen der Erfindung etwas zu ändern. Die Art der Regenerierung der Gase ist an sich bekannt, das Wesen der Erfindung liegt aber in der Erkenntnis, daß die Vermehrung der flüchtigen Lösungsmittel bei der Herstellung der Massen oder die Entfernung der überschüssigen Gase in Kombination mit den bekannten Methoden der Regenerierung und in Kombination mit dem beschriebenen System eine absatzweise und fortlaufende Herstellung und Verarbeitung luft- und gasfreier Massen ermöglicht.

Bei Massen, die ein leichtflüchtiges und niedrig siedendes Lösungsmittel enthalten, bzw. bei Massen, bei denen eine Erwärmung vermieden werden muß, werden die Behälter 2 und 3 mit Kühlmanteln oder Kühltangenslangen versehen, durch welche ein Kühlmittel fließt, oder in einer sonst geeigneten Weise, besonders während des Evakuierens, gekühlt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Entlüften von Massen, insbesondere für die Herstellung von Kunstseide, dadurch gekennzeichnet,

daß man die Masse auf eine in einem luftdicht verschlossenen Behälter angeordnete stillstehende kuppelartige Fläche auflaufen läßt, wobei keine mechanische Knet- oder sonstige Vorrichtungen außer der kuppelartigen Fläche vorhanden sind, und daß man die Masse während des Auflaufens auf die kuppelartige Fläche der Einwirkung des Vakuums aussetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Masse behufs Erzielung größerer Gleichmäßigkeit und Luftfreiheit mit einem Überschuß von Lösungs- (Gelatinerungs-) Mitteln darstellt oder mit einer indifferenten, leicht flüchtigen Lösung versetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die bei der Entlüftung der Masse angesaugten Gase regeneriert.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die zu verarbeitende Masse nicht mittels Druck, sondern mittels Vakuum in vorher evakuierte Spinn- oder Verarbeitungsgefäße zwecks Füllung einsaugt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Masse während des Behandeln mit Vakuum in den Verarbeitungsbehältern kühlt, um eine Erwärmung oder Siedung zu vermeiden.

6. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1—5, dadurch gekennzeichnet, daß zwei oder mehrere Behälter (2, 3) und Filter (9, 10) angeordnet sind, die so miteinander verbunden sind, daß sie zusammen oder einzeln für sich entlüftet, mit Masse beschickt und entleert werden können, ohne in diesen die Masse mit Luft zu vermengen.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das eine Ende einer Spinn- oder Speiseleitung mit einer Vakuumleitung (17a), das andere Ende mit einem Massezuleitungsrohr (13) verbunden ist.

8. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1—5, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Spinn- oder Speiseleitung (23) einerseits und den Massebehältern (2 und 3) andererseits Feinfilter (9, 10) eingeschaltet und mit einer Vakuumleitung (15, 17, 17a) verbunden sind.

9. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1—5, gekennzeichnet durch die Anordnung von Kühlmänteln bzw. Kühlschlangen um die Massebehälter (2 und 3), um eine Erwärmung oder Siedung der Massen beim Evakuieren zu verhindern.

Nach Dreaper.

436. W. P. Dreaper, London. Verbesserungen bei der Herstellung von Viskoselösungen.

Brit. P. 178 152 vom 8. XI. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 418 135; franz. P. 543 257; schweiz. P. 99 494.

In einem luftdichten Kessel wird Zellulose mit stark gekühlter Alkalilauge von unter 5°, vorzugsweise um 0°, behandelt. Die Zellulose wird vor dem Zugeben der Alkalilauge entlüftet, die niedrige Temperatur hindert das Aufquellen und bewirkt ein besseres Eindringen der Lauge in die Zellulose. Auch ist der Abbau der Zellulose gering.

Die Behandlung kann in einer Atmosphäre von in dem Alkali löslichem Gas, wie Ammoniak, oder von mit dem Alkali reagierendem Gas, wie schwefliger, Säure vorgenommen werden. Das Verfahren liefert ein sehr gleichmäßiges Produkt; die regenerierte Zellulose ist besser und kommt der natürlichen näher als bei früheren Verfahren, man erhält bessere und festere Fäden. Auch ist die Viskosität der Xanthogenatlösungen geringer. Das Gas verdrängt die Luft; Druckverminderung kann vor oder nach der Zuführung des Gases oder vor und nach ihr stattfinden.

Nach Dreyfus.

437. H. Dreyfus, London. Viskose, künstliche Seide, Filme.

Brit. P. 183 882 vom 9. II. 1921; franz. P. 552 834.

Um bei der Herstellung von Viskose das Reifen zu umgehen und unmittelbar ein hochmolekulares Produkt zu erzielen, wird Zellulose oder ein ihr nahestehendes Umwandlungsprodukt davon zusammen mit Ätzalkali von 15% und mehr, besonders 20–50%, und in Mengen von nicht über 2 Mol. Ätzalkali, vorzugsweise 1 Mol. oder weniger auf 1 Mol. Zellulose, mit soviel Schwefelkohlenstoff behandelt, daß nicht mehr als $\frac{1}{2}$ Mol., vorzugsweise $\frac{1}{5}$ – $\frac{1}{2}$ Mol. auf 1 Mol. Zellulose kommt. Die Behandlung mit dieser geringen Menge Schwefelkohlenstoff wird in Gegenwart von Benzol oder einem anderen Lösungs- oder Verdünnungsmittel für Schwefelkohlenstoff vorgenommen. Beispielsweise wird Zellulose mit 20–50%iger Natronlauge behandelt, die überschüssige Flüssigkeit wird abgetrennt, so daß auf 1 Mol. Zellulose 1 Mol. Ätznatron verbleibt. Sofort oder nach Stehenlassen wird $\frac{1}{2}$ – $\frac{1}{4}$ Mol. Schwefelkohlenstoff, mit Benzol verdünnt, zugegeben und die Mischung durchgeknetet. Das Verdünnungsmittel wird u. U. durch Verdampfen oder Zugabe von Wasser abgeschieden. Die Viskose ist löslich in Wasser oder Alkali und kann ohne Reifenlassen versponnen werden. Zur Herstellung von Kunstseide oder Filmen usw. können als Fällbäder verwendet werden: Bisulfate oder Mineralsäuren, oder schwächere Säuren, wie Essig- oder Ameisensäure, oder stärkere Säuren, wie Oxalsäure, allein oder zusammen mit schwächeren Säuren, oder Bikarbonate. Verwendet man schwächere Säuren oder Bikarbonate, so steigert man die Temperatur der Fällbäder auf 30–40° C.

438. H. Dreyfus, London. Viskose, Alkalizellulose.

Brit. P. 205 898 vom 27. VII. 1922; schweiz. P. 101 586.

Bei der Herstellung von Viskose wird die Behandlung mit Schwefelkohlenstoff in oder in Gegenwart von Benzol oder einem anderen organischen Lösungs- oder Verdünnungsmittel vorgenommen, welches Schwefelkohlenstoff löst oder sich mit ihm mischt. Die Temperatur wird in dieser Stufe des Verfahrens auf 0–5° C gehalten, und man läßt das Lösungs- oder Verdünnungsmittel während des Reifens in der Masse. Wasser wird für gewöhnlich in wesentlicher Menge nicht zugeführt; die Zellulose wird mit Ätzalkalilösung behandelt, und der Überschuß der Lösung wird entfernt, dann wird für die Xanthogenierung in Benzol usw. eingebracht. Das Benzol usw. wird durch Destillation im

Vakuum wiedergewonnen oder durch Zugabe von Wasser oder Dekantieren. Das Verfahren kann bei der Herstellung hochmolekularer Viskose gemäß brit. P. 183 882 (s. vorstehend) verwendet werden, nach welchem Zellulose mit geringeren Mengen Ätzalkali und den theoretischen Mengen Schwefelkohlenstoff behandelt wird. Nach vorliegendem Verfahren hergestellte Kunstseide zeichnet sich durch größere Festigkeit aus. Benzol oder ein anderes Lösungs- oder Verdünnungsmittel kann bei der Bereitung der Alkalizellulose zugesetzt werden; durch Zusatz chemisch wasserbindender Stoffe wie Alkali- oder Erdalkalimetalle, ihrer Oxyde oder Hydride, von Natriumamid oder Natriumäthylat erzielt man eine bessere Mischung oder stärkere Einwirkung des Alkalis. Es wird z. B. Zellulose mit 50%iger Natronlauge behandelt, die überschüssige Lösung wird abgepreßt und die Masse in Benzol mit Kalziumoxyd verknetet. Oder mit etwas Wasser imprägnierte Zellulose wird mit Natriumoxyd in Gegenwart von Benzol usw. gemischt.

Nach Plauson.

439. Plauson's (Parent Co.) Ltd., London. Viskose, Kunstseide.
Brit. P. 184 533 vom 11. IV. 1921; franz. P. 549 670.

Viskose wird hergestellt aus Zellulose, die durch Zermahlen unter rascher Bewegung, z. B. in der Kolloidmühle, kolloidal gemacht ist, in Gegenwart eines flüssigen Dispersionsmittels, besonders von Ätznatronlösung. Zu der erhaltenen Alkalizellulose wird Schwefelkohlenstoff gegeben, und die Behandlung wird weiter in demselben Apparat vorgenommen unter starkem Schlagen. Bei diesem Verfahren sind geringere Mengen Alkali und Schwefelkohlenstoff erforderlich. Alkali wird in den Mengen genommen, die der Mono- und Dinatriumviskose entsprechen. Reifen der Viskose ist unnötig oder kann für künstliche Seide auf einige Stunden beschränkt werden.

Nach Gustafson.

440. P. A. Gustafson, Borås. Verfahren, Viskoselösungen haltbar zu machen.

Schwed. P. 48 270 vom 21. X. 1918.

Man behandelt die Viskoselösung mit geringen Mengen Tri- oder Tetrachloräthylen. Z. B. nimmt man auf 1 kg Viskoselösung 2—10 g des gechlorten Kohlenwasserstoffs, mischt gut durch und läßt 1—2 Tage stehen. Unter der Masse scheidet sich eine graue Lösung aus, die abgezogen wird. Die behandelte Viskose eignet sich zur Herstellung von Kunstseide.

Nach Mitscherling.

441. W. O. Mitscherling, Wilmington (Atlas Powder Company, Wilmington). Verfahren zur Herstellung viskoser Lösungen von Zellulose zur Herstellung von Zellulosefilmen, -fäden usw.

Ver. St. Amer. P. 1 435 650 vom 14. XI. 1922, angem. 9. II. 1922.

Zur Herstellung von Viskose behandelt man Natronzellulose mit Schwefelkohlenstoff ohne Reifenlassen der Alkalizellulose und unter

Benutzung von nur 30—32% Schwefelkohlenstoff anstatt von 40—60% vom Zellulosegewicht. Man arbeitet bei etwa 20° C ohne Kühlung und löst das Zellulosexanthogenat ohne Reifenlassen in einem alkalischen Lösungsmittel, welches soviel Ätznatron enthält, daß das Gesamtgewicht an Ätznatron das Gewicht der Zellulose nicht unterschreitet und es um höchstens 2% überschreitet.

Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek.

442. N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Arnhem, Holland. Verfahren zum Reinigen von Viskose- und anderen Zellstofflösungen.

D.R.P. 396 462 Kl. 29b vom 8. X. 1922 (Prior. Niederl. 18. XI. 1921); österr. P. 94 840; franz. P. 558 436; brit. P. 189114; Ver. St. Amer. P. 1 510 810 (J. R. N. van Kregten).

Es ist bekannt, wie groß die Schwierigkeiten sind, welche die Reinigung von Viskose und ähnlichen Zellstofflösungen, die zur Herstellung von Kunstseide und anderen künstlichen Textilprodukten dienen, hervorruft. Zur Erzielung einer gut verspinnbaren Lösung ist es unbedingt notwendig, die Rohviskose, wie sie beim Lösen des Zellulosexanthogenats entsteht, vollständig von darin befindlichen Schmutzteilchen, unangegriffenen Zellstoffasern, kurz von allen fremden Körpern zu befreien, die beim Verspinnen die sehr feinen Düsenlöcher verstopfen würden und dadurch einen regelmäßigen Spinnvorgang unmöglich machen. Für gewöhnlich filtriert man die Zellstofflösung mittels Filterpressen, ein Verfahren, das man, falls nötig, ein- oder mehrmals wiederholt. Diese Filtration genügt jedoch häufig nicht, weil die äußerst fein verteilten Teilchen leicht durchgelassen werden. Durch das vorliegende Verfahren wird nun eine gänzlich andere Art der Reinigung von Zellstofflösungen vorgeschlagen. Die Erfindung besteht darin, daß man die Zellstofflösungen mit einer organischen Flüssigkeit, in welcher erstere nicht löslich sind, sehr innig emulgiert. Die vorhandenen Verunreinigungen werden jetzt z. T. von der organischen Flüssigkeit gelöst, z. T. fixiert. Wenn man jetzt die Emulsion stehen läßt, so scheidet sich die zugefügte organische Flüssigkeit langsam ab, man erhält zwei Flüssigkeitsschichten; die organische Flüssigkeitsschicht enthält die Verunreinigungen, zum Teil gelöst, zum anderen Teil darin schwebend, während die Viskoseschicht gänzlich frei von Schmutz ist und außerdem viel weniger stark gefärbt wie zuvor. Eine schnellere Trennung der beiden Flüssigkeiten kann man durch Zentrifugieren erreichen. Die organische Flüssigkeit scheidet sich dabei leicht und schnell ab und die gereinigte Viskoselösung kann leicht aufgefangen werden. Bei Verwendung von Separatoren kann man die Trennung in kontinuierlichem Betrieb ausführen. Vorteile des neuen Verfahrens sind folgende: 1. Man braucht die Filterpresse nicht mehr zu verwenden; 2. erhält man eine viel reinere Viskose als es bis jetzt möglich war, und 3. werden Körper,

wie z. B. Harze, welche aus der verwendeten Zellulosepappe stammen, entfernt.

Beispiel. 100 kg Viskoselösung werden mit 10 kg flüssigen Paraffins in einer Mischmaschine sehr innig emulgiert und danach zentrifugiert. Die sich abscheidende gereinigte Viskose wird auf gewöhnliche Weise versponnen. Auch andere organische Flüssigkeiten kann man verwenden, wenn sie sich nur nicht in der Viskose lösen, wie z. B. Kerosine, Benzol, Tetrachlorkohlenstoff, Trichloräthylen, Chloroform usw.

Patentanspruch: Verfahren zum Reinigen von Viskose- und anderen Zellstofflösungen, dadurch gekennzeichnet, daß diese mit einer organischen Flüssigkeit, welche sich nicht in der Zellstofflösung auflöst, emulgiert und aus dieser Emulsion als gereinigte Zellstofflösungen durch Abstehen (-setzen) -lassen oder durch Zentrifugieren wieder abgeschieden werden.

Nach Delahaye.

443. H. Delahaye, Destelbergen b. Gent. Verbesserungen bei der Herstellung von Viskose für die Herstellung künstlicher Seide und ähnlicher Produkte, die bei der Berührung mit Wasser nicht ihre Festigkeit verlieren.

Brit. P. 195 569 vom 31. VIII. 1922.

Man taucht die Zellulose zunächst bei niedriger Temperatur, etwa 0° , in Ätzalkali, preßt dann das überschüssige Alkali ab, pülpf die Alkalizellulose und unterwirft die Zellulose der Alkalizellulose der mercerisierenden Wirkung des Ätzalkalis während eines oder mehrerer Tage. Die erhaltene mercerisierte Alkalizellulose wird mit Schwefelkohlenstoff behandelt und in üblicher Weise in Ätzalkali gelöst, um die Viskose zu erhalten, die sofort nach ihrer Herstellung versponnen werden kann. Die erhaltene Viskose läßt man bei höchstens 10° solange stehen, bis eine beinahe vollständige Dehydratisierung der in der Viskose gelösten Zellulose eingetreten ist, wodurch der Zellulosebestandteil der erhaltenen Viskose bei Berührung mit Wasser praktisch nicht beeinflusst wird.

444. H. Delahaye, Destelbergen b. Gent. Verfahren zur Herstellung von Viskose für Kunstseide, die durch Wasser nicht an Festigkeit verliert.

Ver. St. Amer. P. 1 470 711 vom 16. X. 1923, angem. 11. IX. 1922; franz. P. 557 178.

Man taucht Zellulose etwa 1 Stunde in Natronlauge von $20-35^{\circ}$ B., preßt die überschüssige Lauge ab, zerkleinert bei niedriger Temperatur, läßt einen oder mehrere Tage bei etwa 0° stehen und hydratisiert leicht dadurch, daß man die Alkalizellulose einen oder mehrere Tage bei nicht über 15° C stehen läßt. Hierauf wird bei nicht über 20° mit Schwefelkohlenstoff behandelt und dann in Natronlauge gelöst. Die erhaltene Viskose läßt man 2—3 Wochen bei nicht über 10° stehen.

Nach Herminghaus & Co. G. m. b. H.

445. Herminghaus & Co. G. m. b. H., Vohwinkel-Hammerstein. Verfahren und Vorrichtung zur Entlüftung beim explosions-sicheren Mischen von festen und flüssigen Stoffen, besonders bei Herstellung von Viskose aus Alkalizellulose und Schwefelkohlenstoff.

D.R.P. 375 712 Kl. 12g vom 11. XII. 1920.

Der Erfindungsgegenstand ist aus den Ansprüchen mit hinreichender Deutlichkeit zu erkennen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Entlüftung beim explosions-sicheren Mischen von festen und flüssigen Stoffen, besonders bei der Herstellung von Viskose aus Alkalizellulose und Schwefelkohlenstoff, dadurch gekennzeichnet, daß die Entlüftung des Mischbehälters mit Hilfe von Kohlensäure, Stickstoff oder einem anderen zur Sauerstoff-verdrängung geeigneten Gas erfolgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß nach Beendigung der Reaktion im Behälter befindliche Flüssigkeitsdämpfe unter Vermittlung eines die Dämpfe verdrängenden Gases aus dem in Bewegung befindlichen Behälter abgesaugt oder herausgedrückt werden.

3. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, gekennzeichnet durch leicht auswechselbare Lagerung eines Rohres zur Zuführung der Gase und eines Rohres zur Zuführung der Flüssigkeit in einer gemeinsamen Stopfbüchse des bekannten drehbaren Mischbehälters. (3 Zeichnungen.)

Nach Technochemia Akt.-Ges.

446. Technochemia Akt.-Ges., Glarus. Verbesserung bei der Herstellung künstlicher Seide u. dgl.

Brit. P. 193 926 vom 24. XI. 1921 (W. Cross).

Zur Herstellung konzentrierter Lösungen von Viskose mit weniger Schwefelkohlenstoff und vorzugsweise weniger Ätznatron, als bisher angewendet wurde, geht man von Zellulose aus, die man gemäß dem brit. P. 185 433 (s. S. 398) mit verdünnter Säure 1–6 Stunden behandelt, durch Waschen vollständig von Säure befreit und getrocknet hat, wobei die Bildung von Hydrozellulose vermieden ist. Zur Überführung der trocknen Zellulose verwendet man Alkalilauge von 15 bis 18% bei etwa 5° C, preßt ab und sulfidiert sofort mit etwa 20% Schwefelkohlenstoff vom Gewicht der Zellulose bei Temperaturen nicht über 15–20° C während 2 Stunden. Das hell gelblich gefärbte Xanthogenat löst man sofort in verdünnter Natronlauge bei etwa 5° C. Auf 100 kg gebleichte Sulfitzellulose werden 1500 l Wasser mit 0,5% Schwefelsäure genommen, gekocht wird 6 Stunden bei 100°, die gewaschene und getrocknete Zellulose wird mit 25 kg Ätznatron und so viel Wasser gemischt, daß 175 kg erhalten werden. Bei dem folgenden Mahlen soll die Temperatur 5° C nicht übersteigen. Dann mischt man mit 20 kg Schwefelkohlenstoff und löst in Natronlauge und Schwefelkohlenstoff zu einer Lösung, die etwa 10–12% Zellulose und 8% Ätznatron

enthält. Zum Verspinnen dient Schwefelsäure von 10–20% oder die anderen bekannten Spinnbäder; je nach der Viskosität benutzt man Spinnöffnungen von 0,08–0,15 mm Durchmesser.

Nach Ditman.

447. N. E. Ditman, New York. Regeneriertes Zellulosematerial und Verfahren zur Herstellung.

Ver. St. Amer. P. 1 456 540 vom 29. V. 1923, angem. 9. III. 1921.

Die Zellulose aus Maiskolben wird mittels Alkali und Schwefelkohlenstoff löslich gemacht. Die Lösung wird auf künstliche Seide verarbeitet.

Nach Stevenson.

448. W. J. Stevenson, London. Künstliche Seide.

Brit. P. 203 074 vom 9. VI. 1922.

Für die Herstellung von Viskoseseide geht man von einem hochwertigen Holzstoff aus, der von Mineral- und Pektinstoffen gereinigt ist. Die aus ihm hergestellte Viskoselösung wird vor dem Verspinnen in einem rasch laufenden Zentrifugalseparator gereinigt und dann durch Sand filtriert.

449. W. J. Stevenson, London. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosexanthogenat.

Brit. P. 225 135 vom 24. V. 1924.

Viskoselösungen, die zur Herstellung künstlicher Seide dienen sollen, werden von ungelösten Teilchen befreit durch Zentrifugieren, wie im brit. P. 203 074 (s. vorstehend), beschrieben und dann durch Holzkohle oder ein Gemisch von Holzkohle mit Sand filtriert. Vor dem Filtrieren wird die Lösung zweckmäßig auf 0–3° C abgekühlt.

Nach Schülke.

450. Dr. E. Schülke, Hannover. Verfahren zur Beschleunigung und Erleichterung der Bereitung verspinnbarer Zelluloselösungen.

D.R.P. 384 404 Kl. 29b vom 30. IV. 1921 (gelöscht).

Das Verfahren besteht darin, daß das in knetbaren Massen vorliegende Lösegut, beispielsweise Zellulosexanthogenat, in Stränge, Bänder, Fäden od. dgl. unterteilt in das im Lösegefäß in Bewegung gehaltene Lösungsmittel eingepreßt wird. Man verfährt dabei beispielsweise so, daß zwischen einem Schütttrichter, welcher das Lösegut aufnehmen soll, und das Lösegefäß etwa eine Schneckenpresse bekannter Art od. dgl. eingeschaltet ist, welche durch eine Matritze mit Öffnungen von geringer Weite die Masse in Form von einzelnen Strängen preßt, die in das Lösegefäß herabfallen. Das Lösungsmittel wird während dieser Zeit stark gerührt, um ein Herabsinken der Stränge in Bündeln oder Klumpen auf den Gefäßboden zu verhindern. Es hat sich gezeigt, daß durch diese Maßnahme die Auflösungsdauer von kolloiden Stoffen bis

zur gleichmäßigen Lösung um die Hälfte und mehr herabgesetzt werden kann.

Beispiel. Das Einwirkungsprodukt von Schwefelkohlenstoff auf krümelig trockene Alkalizellulose, wie sie beispielsweise nach D.R.P. 335 563¹⁾ gewonnen wird, stellt eine honiggelbe gummiartige Masse dar. Diese wird durch eine Schneckenpresse durch eine Matritze mit 20 Schlitzen von 1–20 mm im Querschnitt fortlaufend in ein umlaufendes Rührwerk gepreßt, welches 3%ige Natronlauge enthält. Die Lösung ergibt spinnbare Viskose.

Patentanspruch: Verfahren zur Beschleunigung und Erleichterung der Bereitung verspinnbarer Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die in knetbaren Massen vorliegenden kolloiden Stoffe in Stränge, Bänder oder Fäden unterteilt in das im Lösegefäß in Bewegung gehaltene Lösungsmittel eingepreßt werden.

Nach Huttinger.

451. Ch. A. Huttinger, Lakewood, Ohio. (The Acme Artificial Silk Company, Cleveland, Ohio.) Verfahren zur Herstellung von Viskose.

Ver. St. Amer. P. 1 502 101 vom 22. VII. 1924, angem. 29. VI. 1922.

Man sättigt Holzstoff mit einer wäßrigen Ätznatronlösung vom spez. Gew. 1,17 und preßt so weit ab, daß die erhaltene Alkalizellulose das Dreifache des verwendeten Holzstoffs ausmacht und der Zellulosegehalt 27% beträgt. Dann setzt man $\frac{1}{3}$ des ursprünglich verwendeten Holzstoffs an Schwefelkohlenstoff zu, vermischt mit verhältnismäßig viel Wasser und filtriert.

Nach Dispersoid Syndicate Ltd.

452. Dispersoid Syndicate Ltd. Verfahren zur Herstellung von Viskose.

Franz. P. 579 048 vom 20. III. 1924 (Prior. Deutschland 22. III. 1923).

Man behandelt 1 Mol. Zellulose und eine 18%ige Lösung von 2 Mol. Ätzalkali in einer Kolloidmühle oder einer rasch laufenden Dispergiervorrichtung und gibt Wasser zu, bis man eine homogene sirupöse Lösung erhält. Dazu setzt man 1 Mol. oder etwas mehr Schwefelkohlenstoff und 10% eines nicht verseifbaren Öls, z. B. Petroleum, eines Kohlenwasserstoffs, der sich emulgieren läßt. Nach weiterem Bearbeiten hat man eine kolloidale Dispersion von Kohlenwasserstoff und Viskose. Man setzt nun 1–3% Ammoniak zu und bearbeitet weiter in der Mühle, gegebenenfalls unter Zusatz weiteren Kohlenwasserstoffs. Die Temperatur steigt bis 75° C. Durch Zusatz geringer Mengen Salz scheidet das Xanthogenat sich in Flocken aus. Sie lassen sich absaugen und werden zunächst mit Wasser, dann mit schwachen organischen Säuren, besonders organischen Sulfosäuren, gewaschen, schließlich wieder mit Wasser. Der verwendete Kohlenwasserstoff wird durch Destillation wiedergewonnen. Das Xanthogenat ist leicht

¹⁾ Siehe S. 420.

löslich in fixen Alkalien oder Gemischen davon mit Ammoniak und kann versponnen werden, ohne daß man es weiter reifen läßt.

Nach Deutsche Gasglühlicht-Auergesellschaft.

453. Deutsche Gasglühlicht-Auergesellschaft m. b. H., Berlin. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 408 822 Kl. 29b vom 29. IV. 1922.

In den Viskoselösungen bilden die Metalloxyde schwerlösliche Verbindungen mit der Viskose, wie z. B. der Kalk beim Lagern der Viskoselösungen, auch nach deren Filtration neu sich ausscheidende kristallinische Verbindungen, welche für das Spinnen außerordentlich störend sind. Die Kaliumverbindungen, die als kleine Kristalle auftreten, gehen durch die meisten Filter hindurch, während die gelatinösen Verbindungen der Viskose mit den Metalloxyden die Filter mit der Zeit zum Verstopfen bringen.

Es hat sich nun herausgestellt, daß Borsäure, Phosphorsäure und deren lösliche Salze usw. sich mit den Metall- und Erdalkalioxyden in den stark alkalischen Lösungen zu unlöslichen Verbindungen umsetzen, die leicht abzufiltrieren sind. Eine nachträgliche Bildung kristallinischer Kaliumverbindungen tritt naturgemäß nach dieser Reinigung nicht mehr ein. Bei dieser Reinigung der Viskoselösungen erhält man naturgemäß Seide, die viel weniger haarig ist als solche, die aus ungereinigten Viskoselösungen hergestellt wird. Die Umwandlung der Verunreinigungen der Viskoselösungen in gut filtrierbare schwerlösliche Niederschläge kann in einem beliebigen Stadium der Herstellung der Viskoselösungen erfolgen, so z. B. in der fertigen Viskoselösung vor dem Filtrieren, oder man setzt die genannten Stoffe der zum Auflösen dienenden Ätznatronlauge oder endlich aber der Ätznatronlauge, die zum Mercerisieren des Zellstoffes verwendet wird, zu. Da die Hauptmenge der erwähnten Verunreinigungen durch die Ätznatronlauge in den Prozeß eingeführt wird, dürfte es zweckmäßig sein, die Lauge vor ihrer Verwendung, z. B. durch einen Zusatz von phosphorsaurem Natron, von den Erden und Erdmetallen zu befreien.

Weiter stellt sich als besonderer Vorzug des Verfahrens nach der Erfindung heraus, daß sich durch die Umwandlung der Erden in unlösliche Phosphate bei Anwesenheit von Soda in den alkalischen Viskoselösungen keine schwerlöslichen Karbonate in feinsten Verteilung bilden können, die beim Spinnen der Seide zu einer Bildung von Kohlensäurebläschen in den Fäden führen. Es lassen sich daher solche vorgereinigten Viskoselösungen mit sehr stark sauren Bädern fällen, die eines zusätzlichen Salzgehaltes nicht bedürfen. Die Menge an zuzusetzendem Phosphat hängt von der Menge der Verunreinigungen der Ätznatronlauge und der Zellulose ab. Es ist eine solche Menge Phosphat zuzusetzen, daß sämtliche Verunreinigungen an Metallen und Erdalkalien in diesen in ihre neutralen Phosphate übergehen können und darüber hinaus noch ein kleiner Überschuß von Phosphat in der Laugenlösung verbleibt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide nach dem Viskoseverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß man den zur Verwendung kommenden Viskoselösungen zwecks Befreiung von Metalloxyden, z. B. Erdalkalioxyden, in irgendeinem Stadium ihrer Herstellung solche Stoffe zusetzt, welche mit den betreffenden Oxyden in stark alkalischen Lösungen schwerlösliche Verbindungen bilden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man bereits der für die Herstellung der Viskoselösungen benötigten Alkalilauge die erforderliche Menge an Reinigungsmitteln zusetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Fällbäder für die so vorgereinigten Viskoselösungen stark saure Fällbäder benutzt, die keine zusätzliche Menge an Salz enthalten.

Nach Bader, Eggert und Wagner.

454. P. Bader, Berlin, H. Eggert, Woltersdorf b. Erkner, und A. Wagner, Berlin. Verfahren zum Reinigen von Viskose, besonders für die Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 228 348 vom 9. II. 1924.

Um das im Zellulosexanthogenat und der Viskose enthaltene Alkalisulfid, welches beim Spinnen in Mineralsäure durch Gasentwicklung stört, unschädlich zu machen, oxydiert man es durch Wasserstoffsuperoxyd oder Alkaliperoxyd, Persulfate oder ähnliche Persalze.

Nach Bronnert.

455. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Herstellung von Zellulosexanthogenat.

Österr. P. 95 772 vom 9. V. 1923.

Man vermischt trockne, fein zerteilte Alkalizellulose mit Schwefelkohlenstoff bei einer Temperatur, bei der eine Reaktion noch nicht eintritt, so lange, bis eine vollkommene Durchdringung der Alkalizellulose stattgefunden hat. Durch Anwärmen des Gemisches läßt man dann die Reaktion eintreten, wobei man durch Regeln der Temperatur auf verschiedene Stufen jeweils verschiedene, aber durchweg homogene, leicht lösliche Xanthogenate erhält.

Nach Naamlooze Vennootschap Nederlandsche Kunstzijdefabriek.

456. Naamlooze Vennootschap Nederlandsche Kunstzijdefabriek. Viskoselösungen für Kunstseide.

Franz. P. 582 548 vom 5. VI. 1924.

Statt Zellstoff verwendet man zur Viskoseherstellung Baumwollabfälle. Die so erhaltene Viskose ist sehr rein und liefert eine klare, farblose Kunstseide. Auch ein Gemisch von Baumwolle und Zellstoff kann man verwenden.

Nach Kempfter.

457. F. Kempfter, Stuttgart. Zellulosexanthate.

Brit. P. 234 039 vom 16. VIII. 1924 (Prior. 15. V. 1924); franz. P. 583 966.

Das Entfernen des überschüssigen Schwefelkohlenstoffs bei der Viskoseherstellung wird erst nach dem Auflösen vorgenommen. Die

Reaktionsmasse aus Alkalizellulose und Schwefelkohlenstoff wird mit der verdünnten Lauge energisch durchgeknetet, wobei die noch nicht vollständig in Reaktion getretenen Teile mit dem noch verbliebenen Schwefelkohlenstoff in innige Berührung gebracht werden. Die verschiedenen Stufen des Verfahrens werden in einer einzigen Knetmaschine durchgeführt; zum Schluß wird der überschüssige Schwefelkohlenstoff durch Vakuum abgesaugt, wobei weiter gerührt wird.

Vgl. auch D.R.P. 163 661, S. 372 und D.R.P. 411 313, S. 403.

Nach Maschinenbau-Anstalt Humboldt.

458. Maschinenbau-Anstalt Humboldt, Köln-Kalk. Verfahren zur Herstellung von Viskoselösungen.

D.R.P. 418 056 Kl. 12o vom 3. XII. 1921 (gelöscht).

Zur Herstellung von Viskose ließ man bisher zunächst Alkali im Überschuß auf Zellstoff einwirken. Hierbei entsteht die sogenannte Alkalizellulose, welche sich nach dem Abpressen mit dem alsdann in geeigneten Mengen zugesetzten Schwefelkohlenstoff zu Xanthogenat verbindet. Es war stets erforderlich, zur Herstellung von Mononatriumviskose einen erheblichen Überschuß an Alkali anzuwenden, und zwar mindestens das Doppelte der theoretischen Menge. Es ist ferner vorgeschlagen worden, den Zellstoff mit verdünnten Säuren gegebenenfalls unter Druck zu behandeln. Die auf diese Weise hergestellte spröde Modifikation der Zellulose soll in solchen Mengen Natronlauge löslich sein, daß auf 1 Mol. Zellulose 2 Mol. Natriumhydroxyd kommen.

Es wurde nun festgestellt, daß sich aus einer in geeigneter Weise vorbearbeiteten Zellulose nicht nur ohne Anwendung eines Überschusses von Alkali Viskoselösungen von vorzüglicher Beschaffenheit herstellen lassen, sondern auch gleichzeitig eine Raffinierung des Zellstoffs vorgenommen werden kann.

Gemäß Erfindung wird diese Raffinierung und Veredlung der Zellulose dadurch erreicht, daß man das Ausgangsmaterial zunächst mit Chlorzink oder einer Mischung konzentrierter Säuren, z. B. Salzsäure—Schwefelsäure oder Salzsäure im Gemisch mit Phosphorsäure oder Ameisensäure oder Essigsäure, oder mit einer Mischung einer Säure mit sauren Sulfaten oder eines Zinksalzes mit Bisulfaten, gegebenenfalls unter Anwendung einer Dispergiervorrichtung (z. B. Kolloidmühle, System Plauson) auflöst, vom Rückstand trennt und dann durch Zusatz von viel Wasser oder auf andere Weise wieder ausfällt. Die auf diese Weise erhaltene reine Zellulose wird nach dem völligen Auswaschen mit Wasser auf Viskose verarbeitet und zeigt dabei den großen Vorteil, daß sie sich glatt in der theoretischen Menge Alkalilauge zu Mononatriumviskose auflöst.

Man kann in dieser einfachen Weise Viskoselösungen von weit höherer Konzentration erzeugen, als es auf anderen Wegen bisher möglich war. Die nach der Erfindung erzeugte Viskose läßt sich besonders gut für die Herstellung von Kunstseide und Kunstwolle verwenden.

Bekanntlich geht gewöhnlicher Zellstoff bei der Behandlung mit Ätzalkali nur in eine gelatinierete Form über, da der Mononatrium-

zellstoff nicht völlig wasserlöslich ist. Der nach vorstehendem Verfahren vorbereitete Zellstoff dagegen ist schon in schwachen Alkalilösungen klar löslich.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man Zellstoff zunächst in beliebiger Weise (z. B. mit Chlorzinklösungen oder mit einem Gemische zweier starker Säuren oder einem Gemisch von konzentrierter Salzsäure mit sauren Sulfaten oder von Chlorzink mit Bisulfaten) auflöst, vom unlöslichen Rückstand trennt, dann in bekannter Weise wieder ausfällt und die so vorbehandelte raffinierte Zellulose nach völligem Auswaschen in der theoretischen Menge verdünnter Alkalilauge löst und auf Viskose verarbeitet.

Über die technische Herstellung von Viskose vgl. u. a. Ferenczi: Zeitschr. f. angew. Chem. 1899, S. 11—14, und Beltzer: Kunststoffe, 1912, S. 41 und 69. Über kontinuierliche Herstellung von Alkalizellulose s. Beltzer: Kunststoffe 1912, S. 202. Eine eingehende Monographie über Viskose hat B. M. Margosches verfaßt (Leipzig, Verlag der Zeitschr. f. d. ges. Textilind.).

Über die Bestimmung des Reifegrades der Viskose durch Titrieren mit Chlorammoniumlösung vgl. Hottenroth: Chem.-Ztg. 1915, S. 119.

Verfahren zur Reinigung der Zellulose, zur Herstellung von Alkalizellulose und zur Aufarbeitung der dabei abfallenden Laugen.

Nach Girard.

459. P. Girard. Verfahren zur Reinigung von Zellulose, die zur Herstellung künstlicher Fäden bestimmt ist.

Franz. P. 443 897; belg. P. 247 992.

Man hat als Ersatz für die teure Baumwolle zur Kunstfädenherstellung Holzstoff zu verwenden gesucht, der jedoch immer eine gewisse Menge von Lignozellulosen, Harzen, Gummistoffen, chinonartigen Körpern usw. enthält. Diese Stoffe sind schädlich, besonders für die Herstellung von Zelluloseexanthogenat. Es wurde gefunden, daß von Harzen und chinonartigen Körpern befreiter Holzstoff sich für die verschiedenen Stufen der Fabrikation besser eignet und ein weiches, elastischeres und haltbareres Produkt liefert. Nach der vorliegenden Erfindung wird der zerkleinerte oder in Blätter gebrachte Holzstoff mit Flüssigkeiten behandelt, die die Zellulose nicht lösen, aber energisch die Harze lösen, z. B. mit Methyl-, Äthyl- oder Amylalkohol, Aceton, Tetrachlorkohlenstoff, Chlorderivaten von Äthan oder Äthylen, z. B. Trichloräthylen, die einzeln oder zusammen angewendet werden und mit 5—10% käuflicher wäßriger Formaldehydlösung versetzt sind. Die Verwendung des Formaldehyds hat zwei Zwecke: er dient als Antiseptikum, und das in ihm enthaltene Wasser verhindert, daß die Zellulosefasern unter dem Einfluß des Lösungsmittels zusammenkleben. Das Wasser läßt der Masse ihre ganze Porosität, und das Lösungsmittel kann in das Innere der Zellulosestücke eindringen.

Nach La Soie Artificielle.**460. La soie artificielle, société anonyme française, Paris.** Vorrichtung zur Herstellung von Alkalizellulose.

D.R.P. 270 618 Kl. 12o vom 2. IV. 1912; franz. P. 442 019; brit. P. 7893¹⁹¹²; Ver. St. Amer. P. 1 044 434 (Bloch-Pimentel); schweiz. P. 59 409; österr. P. 82 122; norweg. P. 25 598.

Zur Herstellung von Viskose pflegt man Zellulosepappfolien in Alkalilauge zu stellen, quellen zu lassen und dann von der überschüssigen Lauge abzuschleudern oder abzapfen. Vorteilhaft nimmt man das mit Lauge gefüllte Gefäß nur wenig höher als die Zelluloseblätter selbst sind, so daß die Folien leicht aufrecht hineingestellt werden und wieder herausgenommen werden können; dabei kann anhängende und das Netzen durch die Alkalilauge hindernde Luft auch leicht entweichen.

Die Vorrichtung gestattet in ähnlicher Weise zu arbeiten, d. h. durch aufrechtes Hineinstellen der Folien die Lauge einwirken zu lassen, weiter aber gestattet sie, die überschüssige Lauge in demselben Gefäß

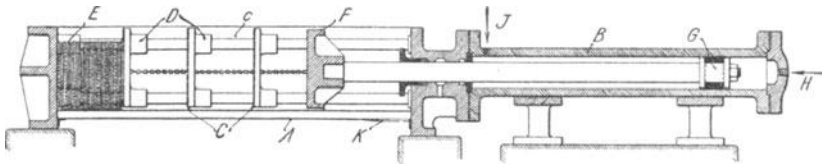


Fig. 203.

abzapfen, wozu eine hydraulische Presse vorteilhaft geeignet ist, und so die Ausgabe für Arbeitslohn zu verringern und die lästige und gefährliche Manipulation der mit Lauge vollgesaugten Folien mit der Hand zu vermeiden. Fig. 203 ist ein Längsschnitt mit der Stellung der einzelnen Teile vor dem Abpressen. Fig. 204 zeigt den Apparat an einem Ende im Augenblick nach dem Abpressen. Die Tauchwanne *A* ist von der üblichen Art, wenn Zelluloseblätter in aufrechter Stellung in Natronlauge getaucht eingebracht werden sollen. Zweckmäßig benutzt die Vorrichtung eine Anzahl senkrechter Zwischenplatten *E*, die gelocht und gerillt sind, als Zwischenlagen, gleichsam Abteilungen bildend, und führt sie durch die Stange *c*, auf welcher die vorteilhaft nach Art der hydraulischen Pressen betätigte Preßplatte *F* sich bewegt, dank dem Stempelcharakter der Pumpe *B*. Die Zellulosepappblätter, auf welche die Alkalilauge einwirken soll, werden senkrecht zwischen die Platten *C* eingebracht und von diesen in ihrer Lage gehalten. Die Herausnahme nach dem Abpressen wird durch dieselben Platten nach dem Herausnehmen sehr erleichtert. Das Ausquetschen wird durch den auf der Stempelstange *G* der Pumpe *B* sitzenden Preßstempel *F* besorgt. Der vom Stempel der Presse zum Abpressen auf einen bestimmten Grad erforderliche Abstand wird durch die auf den Platten *C* oder gesondert von den genannten Stangen *c* aufmontierten Nasen *D* bestimmt.

Das Arbeiten mit dem Apparat gestaltet sich dann folgendermaßen: Die zu tauchenden Pappstücke werden in passender Zahl in senkrechter Lage zwischen die beweglichen Platten *E* gebracht und diese zwischen die Platten *C* gesteckt. Die Tauchlauge wird dann in die Wanne *A* eingelassen und wirkt dort unter geeigneten Bedingungen auf die Zellulose ein. Der Laugenüberschuß wird nach Beendigung der Behandlung abgelassen, die Presse in Gang gesetzt, bis die Platte *C* und der Preßtisch *F* an die Zwischenstücke *D* anstoßen. Fig. 204 zeigt die Stellung am Ende des Troges nach erfolgtem Abpressen. In der Zeichnung konnten die einzelnen Blätter nicht durch Linien angezeigt werden, da der Raum bei dem betreffenden Maßstabe zu klein ist. Der Laugenüberschuß wird durch den Auslauf *K* am Boden der Wanne abgelassen, der geschlossen oder geöffnet werden kann. Der Stempel der Presse gestattet leicht beim Zurückgehen das Herausnehmen der abgepreßten Pappschichten in senkrechter Richtung mittels der durchlochenden Bleche. *H* und *J* sind Ein- und Auslaßöffnungen für das Wasser oder andere zum Betriebe des Preßstempels nötige Flüssigkeit.

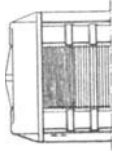


Fig. 204.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung von Alkalizellulose, gekennzeichnet durch eine zum Abpressen mit kräftigem Druck geeignete Presse in derartiger Vereinigung mit dem Behälter für die Tränkung der Zellulose, daß die überflüssige Alkalilauge mit Hilfe eines kräftigen mechanischen Druckes in diesem Behälter selbst abgepreßt werden kann.

2. Ausführungsform nach Anspruch 1, bestehend aus einem horizontalen Tauchbadbehälter, in den Folien in aufrechter Stellung zwischen perforierte oder ähnliche Platten gebracht werden, wobei gleichsam Unterabteilungen gebildet werden.

3. Ausführungsform nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zwischenplatten mit einer Anordnung versehen werden, die einen bestimmten Abstand voneinander nach dem Abpressen festzulegen und so eine Alkalizellulose von bestimmtem Alkaligehalt zu gewinnen erlaubt.

Nach Bronnert.

461. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Verfahren zur Herstellung einer an reiner Zellulose angereicherten Sulfitzellulose.

Franz. P. 521 929 vom 4. VIII. 1920; brit. P. 170 964; österr. P. 87 803; schweiz. P. 93 302; Ver. St. Amer. P. 1 392 047; D.R.P. 363 997 Kl. 55b vom 10. X. 1919; norweg. P. 36 748 vom 4. VIII. 1920.

Gereinigtes und zerkleinertes Holz wird vor dem Erhitzen mit Kalzium- oder Magnesiumbisulfidlauge unter Druck zunächst mit etwa 1%iger Schwefelsäure unter niedrigem Druck bei etwa 115° vorbehandelt. Nach dem Ablaufen der Säure wird die zurückbleibende Masse neutralisiert und sofort in üblicher Weise mit der 3–3,5% schweflige Säure enthaltenden Bisulfidlauge gekocht, wobei die Kochdauer gegenüber den bekannten Verfahren wesentlich abgekürzt werden kann. Man erhält ein nahezu reines α -Zellulose enthaltendes Produkt, das zur Herstellung von reiner Viskose und Acetylzellulosen Verwendung findet.

Nach Technochemia A.-G.

462. Technochemia A.-G. Verfahren zur Behandlung der Zellulosen vor ihrer Verarbeitung auf Kunstseide.

Franz. P. 531 651 vom 4. III. 1921 (Prior. Deutschland 30. V., 4. VII., 1. VIII. und 23. VIII. 1919); schweiz. P. 95 825 vom 4. III. 1921.

Die Zellulose wird mit verdünnter Säure, z. B. Salz- oder Schwefelsäure, bei einer Temperatur (120–140°) behandelt, bei der sie nicht in Hydrozellulose übergeht.

Nach Schülke.

463. Dr. E. Schülke, Hannover. Verfahren zur Herstellung von Alkalizellulose.

D.R.P. 335 563 Kl. 29 b vom 15. VI. 1920 (gelöscht); franz. P. 536 649.

Um aus Zellstoffpappe in einem Arbeitsgang unter Vermeidung sog. Gelblauge eine Alkalizellulose mit genau bekanntem Gehalt an Alkali zu gewinnen, wird der Zellstoff als Band oder Aufeinanderfolge von Tafeln durch einen Behälter mit starker Natronlauge mit solcher Geschwindigkeit geführt, daß wohl ein Eindringen der Lauge erzielt wird, nicht aber Zerfallen der Pappe eintritt. Die Berührungsdauer mit der Lauge beträgt bei Zellstoffpappen üblicher Stärke und Pressung nur wenige Sekunden. Die Gesamtmenge der Lauge wird so bemessen, daß das Pappeband den gesamten Laugeninhalt des Behälters über seine Länge gleichmäßig verteilt in sich aufnimmt, wobei die Verteilung der Laugenmenge auf die gesamte Länge des Pappebandes durch Einstellung der Bandgeschwindigkeit erfolgt. Die oberflächlich mitgerissene Lauge wird durch ein Walzenpaar mit schwachem Druck oder durch ein Abstreifblech von der Pappe beim Verlassen des Tauchbehälters abgestreift. Ein eigentliches Auspressen von Lauge soll nicht stattfinden, zweckmäßig wird der Tauchbehälter so gestaltet, daß der letzte Rest Lauge durch das letzte Ende des Pappebandes aufgenommen werden kann. Zur Führung der Pappe dient ein endloses umlaufendes Band aus Drahtgewebe; Tafeln werden zweckmäßig zwischen Drahtnetzbändern geführt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Alkalizellulose aus Zellstoff in Form von Pappe, wobei die Pappe mittels eines endlosen Bandes durch einen Behälter mit Lauge geführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die vorher abgemessene gesamte Laugenmenge, über die Länge des Pappebandes verteilt, restlos aufgesaugt wird, so daß keine Abfalleuge entsteht.

Nach Lilienfeld.

464. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von Alkalizellulose.

Brit. P. 149 318 vom 13. V. 1920 (Prior. 1. VIII. 1919).

Zur Erzeugung wasserarmer Alkalizellulose, die einen Überschuß an Ätzalkali enthält, werden Zellulose oder zellulosehaltige Rohstoffe mit Alkalilauge oder Wasser getränkt, durch Abpressen, Absaugen oder Schleudern möglichst getrocknet und mit festem, pulverförmigem Ätzalkali oder hochkonzentrierter Alkalilauge vermischt. Das gepulverte

Ätzalkali kann auf einmal oder allmählich unter Rühren, Durchkneten oder Kleinschneiden der Masse, nötigenfalls unter Kühlung zugegeben werden.

Nach Schwarzkopf.

465. R. Schwarzkopf, Berlin-Friedenau. Verfahren zur Herstellung von ungereifter Alkalizellulose zur Verarbeitung auf Viskose.

D.R.P. 377 120 Kl. 12o vom 1. VII. 1920; brit. P. 165 743 vom 30. VI. 1921 (Prior. Deutschl. 30. VI. 1920); franz. P. 536 238.

Es ist in letzter Zeit bekannt geworden, daß man auch ungereifte Viskose zur Herstellung von künstlichen Fasern (Kunstseide u. dgl.) verwenden kann. Man ist dabei soweit gekommen, daß statt der sonst üblichen Reifedauer von mehreren Tagen man die Dauer auf mehrere Stunden beschränkt hat. Unter dieses Mindestmaß von Zeitaufwand herunterzugehen, war nicht möglich, weil schon die Behandlung des Zellstoffes mit Natronlauge, also das eigentliche Alkalisieren, wegen der dabei verwendeten Apparatur mehrere Stunden in Anspruch nahm. Nach den bisher bekannten Verfahren wird Alkalizellulose dadurch hergestellt, daß man Pappe entweder in ganzen Bogen stehend während mehrerer Stunden (im allgemeinen nicht unter 3 Stunden) mit einem Überschuß von Lauge bei Temperaturen bis zu 18° C tränkt, oder aber in der Weise, daß man Zellstoff in beliebiger Form mit der berechneten Menge oder mit einem Überschuß an Lauge in einem Zerfaserer oder Knetwerk bei der obengenannten Temperatur durcharbeitet, um alsdann den Überschuß der Lauge abzupressen, falls ein solcher angewendet worden ist.

Versuche haben ergeben, daß man die unvermeidliche Gesamtzeit der Einwirkung der Natronlauge auf den Zellstoff noch wesentlich verkürzen kann; das wird dadurch erreicht, daß die Dauer der eigentlichen Alkalisierung von Stunden auf Minuten verkürzt wird. Das Verfahren besteht darin, daß man den Zellstoff in einem Überschuß von Natronlauge bei einer Temperatur von mehr als 18° C kräftig bewegt (z. B. durch etwa 20 Minuten dauerndes Rühren) und dann von der Natronlauge durch Schleudern befreit. Wenn die Entfernung der Natronlauge durch Schleudern nicht restlos oder in dem gewünschten Maße erfolgt ist, kann man an das Schleudern noch ein Auspressen des Zellstoffes anschließen.

Trotz der Anwendung verhältnismäßig hoher Temperaturen tritt nach dem neuen Verfahren eine Reifung der Zellulose nicht ein, was auf die kurze Dauer der Einwirkung der Natronlauge auf den Zellstoff zurückzuführen ist. Man kann Zellstoff in beliebiger Form (Pappe, Papier, Flocken usw.) verwenden.

Beispiel. 10 kg Zellstoff werden mit 150 kg einer 18%igen Natronlauge von 30° C während 20 Minuten in einem Rührgefäß von Hand oder mechanisch durchgerührt. Der entstandene Faserbrei wird dann durch eine gutwirkende Schleuder von dem Überschuß an Lauge befreit. Hierbei tritt bei der Wahl einer geeigneten Raumtemperatur infolge des starken Luftwechsels bereits eine starke Abkühlung der Alkalizellulose ein. Nach einem Schleudern von etwa 15 Minuten beträgt im allgemeinen

das Gewicht des Schleudergutes nicht über 300% des Gewichtes des angewendeten Zellstoffes, also im vorliegenden Falle nicht über 30 kg. Sollte in Ausnahmefällen durch einmaliges Schleudern dieses Gewicht nicht erreicht werden, so kann in der Schleuder umgesetzt und nachgeschleudert, oder aber in einer hydraulischen Presse bis zu dem verlangten Gewicht ausgepreßt werden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von ungeriffelter Alkalizellulose zur Verarbeitung auf Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß der Zellstoff mit einem Überschuß von Natronlauge bei einer Temperatur von mehr als 18° C kurz (z. B. etwa 20 Minuten) gerührt wird, worauf die Alkalizellulose von der Natronlauge durch Schleudern befreit wird.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Schleudern noch ein Auspressen des Zellstoffes erfolgt.

Nach Stulemeyer.

466. C. L. Stulemeyer, Breda, Holland. Verfahren zur Vorbehandlung von Zellulose zwecks Herstellung leicht filtrierbarer Viskose.

D.R.P. 352 962 Kl. 29b vom 21. I. 1920 (gelöscht); brit. P. 167 199 vom 22. I. 1920; franz. P. 522 182; schweiz. P. 86 848; österr. P. 86 756; niederl. P. 6978; norweg. P. 35 210; schwed. P. 55 202 (H. Eggert, Naamlooze Vennootschap Hollandsche Kunstzijde Industrie, Breda).

Es ist bekannt, daß bei der Herstellung von Viskose zwecks weiterer Herstellung glänzender Fäden, Filme usw. aus dieser die Behandlung der Zellulose mit Alkalilauge einer der wichtigsten Vorgänge ist. Eine schlecht mit Alkalilauge durchtränkte Zellulose ergibt eine mit ungelösten Zellulosefasern verunreinigte Viskose. Die ungelösten durch Alkali gelatinieren Zellulosefasern erschweren das Filtrieren derartiger Viskosen und machen es oft unmöglich. Unfiltrierte Viskosen lassen sich aber nicht zu Fäden verspinnen. Die Ursache des schlechten Eindringens der Alkalilauge in die einzelnen Fasern und deren Zellen ist die Anwesenheit von Luft, die außerordentlich schwer durch Alkalilauge verdrängt wird. Deswegen wird in der Praxis die Zellulose längere Zeit, z. B. etwa 1½ Stunden, mit der Alkalilauge behandelt. Der große Übelstand des langsamen Eindringens der Alkalilauge in die Zellulose wird nach vorliegendem Verfahren vollständig behoben, wenn man vor oder im Laufe des Tauchens die Zellulose oder das Gefäß, in dem diese mit Alkalilauge behandelt wird, stark evakuiert. Man erhält so gleichmäßig mit Alkalilauge durchtränkte Zellulose, auch erfordert das Verfahren viel weniger Zeit als das übliche. Der große Vorzug des Verfahrens vor den bekannten ist, daß es etwa dreimal so schnell ausgeführt werden kann, besonders aber, daß die aus so behandelten Zellulosen erhaltenen Viskosen keine ungelösten Fasern enthalten und sich sehr leicht filtrieren lassen. Die Herstellung der Viskose erfolgt in der üblichen Weise.

Patentanspruch: Verfahren zur Vorbehandlung von Zellulose zwecks Herstellung von leicht filtrierbarer Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man vor oder während der Einwirkung der Alkalilauge die Zellulose stark evakuiert.

Nach dem Zusatzpatent:

467. D.R.P. 353 948 Kl. 29 b vom 21. I. 1920 (gelöscht); brit. P. 167 201 vom 2. II. 1920; franz. P. 23 053, Zus. z. franz. P. 522 182; schweiz. P. 88 323; österr. P. 86 757; schwed. P. 56 863

wird die Behandlungszeit auf ein Mindestmaß herabgesetzt, wenn man das Gut, nach der Behandlung im Vakuum einem hohen Druck von 3 bis 4 Atm. aussetzt.

Der Anspruch des D.R.P. lautet: Ausbildung des Verfahrens nach dem Hauptpatent 352 962, dadurch gekennzeichnet, daß nach dem Evakuieren eine Einwirkung von Druck stattfindet.

Nach Budde.

468. C. C. L. G. Budde, Sunderland. Hydrooxycellulose, Viskose, Kunstseide.

Brit. P. 184 610 vom 28. V. 1921.

Ein für die Herstellung von Viskose geeignetes, Hydrooxycellulose genanntes Zelluloseprodukt wird dadurch erhalten, daß man mit Wasser vermischte Zellulose erst mit mehr Chlor behandelt, als zur Sättigung des vorhandenen Wassers erforderlich ist, und dann mit starker Salzsäure, besonders der, die sich in der ersten Stufe der Behandlung gebildet hat, und die man dadurch zur Wirkung bringt, daß man das feuchte Produkt auf 60° C erhitzt, bis ein zerreibliches Erzeugnis vorliegt. Für Holzstoff nimmt man z. B. 100 T. Zellulose, 100 T. Wasser, 10 T. Chlor. In anderen Fällen sind größere Chlormengen erforderlich, für Haferstroh, z. B. 30—50 T. Chlor auf 100 T. Zellulose. Unterwirft man das Zelluloseumwandlungsprodukt der Xanthogenierung, so erhält man eine Viskose, die in den üblichen Konzentrationen gallertartig ist. Sie kann auf Kunstseide verarbeitet werden.

Nach Herminghaus & Co.

469. Herminghaus & Co. G. m. b. H., Vohwinkel. Verfahren zur Herstellung von Alkalizellulose.

D.R.P. 398 255 Kl. 12 o vom 17. VII. 1921.

Das Mercerisieren der Zellstoffblätter für die Herstellung von Viskose geschieht im allgemeinen derartig, daß die Zellstoffblätter in Siebkästen aufrecht gestellt und mehrere Kästen gleichzeitig in einem größeren Behälter der Einwirkung der Laugen unterworfen werden. Nach beendeter Mercerisierung werden die Siebkästen von Hand oder mechanisch aus dem Behälter entfernt, aus der aufrechten Stellung in wagerechte Lage gebracht und die mit Lauge getränkten Zellstoffblätter der Wirkung einer Presse ausgesetzt. Diese Arbeitsweise hat den Nachteil, daß die Siebkästen aus dem Laugebehälter gehoben und später um 90° gedreht werden müssen. Dabei sinken die aufrecht stehenden Zellstoffblätter in sich zusammen, was ein mangelhaftes Pressen und gegebenenfalls Arbeitsstockung zur Folge hat. Ferner besteht die Gefahr, daß die Arbeiter durch die Lauge verletzt werden, und es entstehen verhältnismäßig große Verluste an Natronlauge. Im übrigen ist der Kraftaufwand zum Heben

der Siebkästen nicht unerheblich, und da bei dem Herausheben der Kästen aus dem Laugenbehälter von Hand nicht alle Kästen gleichzeitig herausgehoben werden können, entstehen beträchtliche Zeitverluste bei der Fabrikation. Es ist infolgedessen vorgeschlagen worden¹⁾, die Zellstoffblätter im Laugenbehälter zu belassen und dort auszupressen, so daß ein Ortswechsel zwischen Laugenbehälter und Presse nicht erforderlich ist. Die Verwendung solcher Tauchwannen in Verbindung mit hydraulischen Pressen gestaltet sich jedoch infolge von Kettenbrücken, Verbiegens des langen hydraulischen Preßkolbens, der Schwierigkeit, die Stopfbüchsen, durch die der Kolben hindurchgeht, dauernd laugendicht zu halten und der Verluste an Alkalilauge nachteilig.

Um die Anwendung solcher Einrichtungen zu vermeiden und die Mängel des eingangs beschriebenen Herstellungsverfahrens zu beseitigen, wird gemäß der Erfindung vorgeschlagen, die im Laugenbehälter

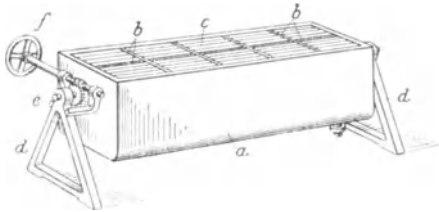


Fig. 205.

stehend der Wirkung der Alkalilauge ausgesetzten Zellstoffblätter nach Beendigung der Mercerisation in eine mehr oder weniger wagerechte Lage zu bringen, bevor sie dem Behälter entnommen werden. Dies geschieht am zweckmäßigsten, indem man den an sich bekannten Laugenbehälter um eine wage-

rechte Achse drehbar anordnet. Infolge der Drehbarkeit des Laugenbehälters um eine wagerechte Längsachse ist es nach beendeter Mercerisierung, und nachdem die Lauge abgelassen ist, ohne weiteres möglich, durch Drehen der Wanne um 90° die Zellstoffblätter in eine wagerechte Lage zu bringen, so daß sie gegebenenfalls zusammen mit den als Unterlage verwendeten Siebblechen ohne Überwindung von Höhenunterschieden und ohne Erschütterung aus dem Laugenbehälter wie aus einer Schublade herauszuziehen und unter die Presse zu bringen sind. In der Fig. 205 ist ein Ausführungsbeispiel der neuen Einrichtung in schaubildlicher Ansicht dargestellt. Zur Aufnahme der Natronlauge dient eine Wanne oder Mulde *a*, die gegebenenfalls durch längs und quer eingebaute Siebbleche *b* in mehrere Unterabteilungen *c* geteilt ist. In diese Fächer werden die Zellstoffblätter aufrecht gestellt und zwar so, daß ihre Ebene parallel zur Längsachse der Mulde *a* ist. Gegebenenfalls können zwischen den einzelnen Zellstoffplatten in bekannter Weise Siebbleche angeordnet werden. Die Mulde *a* ist auf Böcken *d* um ihre wagerechte Längsachse *e* drehbar gelagert. Die Drehung der Mulde kann von einem Handrad *f* aus unter Vermittlung eines Schneckengetriebes in irgendeiner anderen geeigneten Weise erfolgen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Alkalizellulose, bei welchem die Zellstoffblätter in einem Behälter der Wirkung der Alkalilauge ausgesetzt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die parallel der Längsachse des Behälters stehend angeordneten Zellstoffbehälter nach

¹⁾ Siehe D.R.P. 270618, S. 418.

Beendigung der Mercerisation durch Drehung des Behälters um seine Längsachse in eine mehr oder weniger wagerechte Lage gebracht werden, bevor sie dem Behälter entnommen werden.

Nach Kämpf.

470. Dr. A. Kämpf, Premnitz. Vorrichtung zur Herstellung einer losen, feinflockigen Faser­masse aus trockener Zellulose.

D.R.P. 400 378 Kl. 29a vom 14. I. 1920; schweiz. P. 94 423; österr. P. 89 467.

Bei der Herstellung von künstlichen Fasern aus Viskose (Kunstseide, Stapelfaser, Roßhaare usw.) ist einer der wichtigsten Vorgänge der des Zerkleinerns der Alkalizellulose, um sie für die spätere Sulfidierung reaktionsfähig zu machen. Der Stoff muß möglichst fein und gleichmäßig verteilt werden, damit der Schwefelkohlenstoff möglichst leicht zu den einzelnen Fasern oder Faseraggregaten Zutritt erhält. Um eine solche Zerteilung der Fasern zu bewirken, gibt es verschiedene Wege. Man kann die Alkalizellulose in schnell rotierenden Schlaginstrumenten, z. B. Schlagkreuzmühlen u. dgl., auflockern. Hierdurch wird mehr oder weniger regelmäßig nur ein Auflockern der verfilzten Faser­massen erzielt, ohne jedoch die einzelne Faser in ihrer Größe zu verändern.

In der Zellstoffindustrie werden, wie bekannt, Waschlöhler oder ähnliche Vorrichtungen dazu benutzt, um Zellstoffmassen gleichmäßig in Wasser zu zerteilen und aufzulockern. Hierbei tritt jedoch gleichzeitig eine verfilzende Wirkung auf oder, soweit durch Mahlhöhler eine Zerkleinerung des Materials erzielt werden soll, entsteht hierbei ein Zellstoffbrei, der nachträglich, sei es zu Pappe oder Papier, verarbeitet werden kann, jedoch niemals auf unmittelbarem Wege zu einem lockeren Erzeugnis bei verlangtem geringen Flüssigkeitsgehalt führt. Es ist ferner bekannt, daß eine der Sulfidierung leicht und gleichmäßig zugängliche Alkalizellulose dadurch erzielt wird, daß man an Stelle der bloß auflockernden oder quetschenden und reibenden Wirkung der obengenannten Vorrichtungen eine Vorrichtung benutzt, die an Stelle dieser Wirkungsweise eine Zerschneidung oder Scherung der trockenen Faser­massen bewirkt. Durch diese Wirkung wird, im Verein mit der inneren Reibung der Faser­massen in sich, ein trockenes, fein verteiltes lockeres, feinflockiges Erzeugnis erhalten, welches der Einwirkung des Schwefelkohlenstoffes in weitgehendem Maße zugänglich ist.

Die Gleichmäßigkeit des Erzeugnisses wird im Gegensatz zu dem oben angeführten Zerfaserer dadurch gewährleistet, daß in einem Knetwerk bekannter Bauart ständig ein Reinigen der Zähne der Flügel, sowie der Verzahnung des Troges herbeigeführt wird. Dies geschieht in der Weise, daß die Knetwerk­flügel wie der Trogsattel auf ihrem Zylinderumfang nach einer gleichen Teilung gezahnt sind, so daß jeweils ein Zahn des Flügels in die gegenüberstehende Lücke im Trogsattel eingreift und sich dadurch beim Durchgang des Flügels durch den Trogsattel von selbst reinigt. Es ist klar, daß aller Stoff, der im Augenblick des Eingriffes der Verzahnung zwischen die Zähne gerät, einer zerfasernden bzw. Scherwirkung ausgesetzt ist.

Diese sehr stark zerkleinernde Wirkung kann nun gemäß der Erfindung dadurch bis zu einem gewissen Maße während eines Rundganges der Knetflügel vervielfacht werden, daß das Grundwerk mit zu den

Fig. 206.

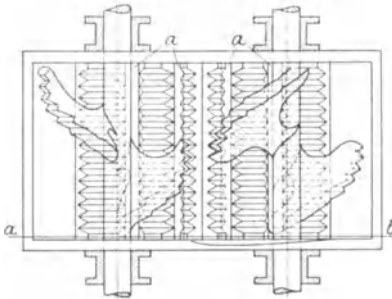
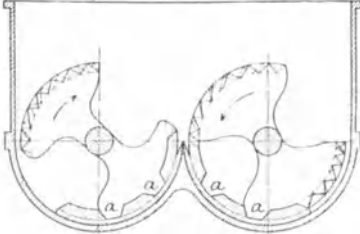


Fig. 207.

Mantellinien des Sattels geneigt oder parallel laufenden Kanälen ausgestattet wird, die bis zum Grunde der Verzahnung reichen. Diese Kanäle können schmaler oder breiter, mit radial gerichteten oder abgeschrägten Seitenflächen angeordnet sein. Auf diese Weise treten während eines Rundganges immer neue Teile zwischen die scherenden Kanten und gelangen so zur Zerkleinerung und Auflockerung.

Aus den Fig. 206 und 207 ist die Art der Versenkung des Flügels, sowie des Grundwerkes klar ersichtlich. Fig. 206 zeigt den Trog mit den beiden Flügeln im Querschnitt, Fig. 207 im Grundriß. *a* stellt die oben näher beschriebenen Längsnuten dar.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung einer losen feinflockigen Faser Masse aus trockener Zellulose, Zelluloseverbindungen und

zellulosehaltigen Stoffen mit um eine Achse drehbaren, auf dem Umfange gezahnten Flügeln und einem gezahnten Grundwerk, dadurch gekennzeichnet, daß die Zähne des Grundwerkes und der Flügel so ausgebildet sind, daß die Zähne der letzteren durch die Lücken des Grundwerkes streichen und dieses reinigen, und daß das Grundwerk mit parallel oder geneigt zu den Mantellinien angeordneten Scherkanten *a* versehen ist.

Nach Kempter.

471. F. Kempter, Stuttgart. Verfahren zur Tränkung von Zellstoff mit Lauge für Zwecke der Viskoseherstellung.

D.R.P. 406 333 Kl. 29b vom 3. IX. 1920.

Bei der Herstellung von Viskose verfährt man im allgemeinen derart, daß man die in einem offenen Behälter mit Lauge getränkten Blätter in offenen hydraulischen Pressen, die mit den Behältern kombiniert sein können, zwischen Druckplatten in Bündeln aufgeschichtet solange einem bestimmten hydraulischen Druck aussetzt, bis der gewünschte Laugegehalt erreicht ist, während der Überschub abfließt. Beim Tränken der Zellstoffblätter muß mit großem Laugenüberschub gearbeitet, und es muß verhältnismäßig viel Zeit aufgewendet werden, weil die Lauge nur langsam in das Innere der Blätter eindringt. Dabei ist die Lauge dem Einfluß der atmosphärischen Luft ausgesetzt, was ebenso wie die fortgesetzte Benützung des Tauchbades ungünstig auf die Beschaffenheit

der Lauge einwirkt. Bei der außerordentlichen Schärfe der Lauge ist überdies das Arbeiten an den offenen Laugenbehältern gefährlich. Beim Pressen der Zellstoffblätter sind die überstehenden unregelmäßigen Enden der Blätter dem Preßdruck mehr oder weniger entzogen, sie bleiben also mit Lauge vollgesogen. Natürlich wird auf diese Weise der Laugegehalt der Blätter unregelmäßig.

Diese Nachteile sind bei dem neuen Arbeitsverfahren behoben. Hierbei wird sowohl die Zuführung der Lauge zum Zellstoff als auch die Entfernung der überschüssigen Lauge in einem und demselben durch den Preßstempel seinen Abschluß findenden Gefäß (dem Preßzylinder) vorgenommen, das dann im wesentlichen von den Zellstoffblättern oder -schnitteln ausgefüllt ist, so daß nicht nur die Lauge dem Einfluß der atmosphärischen Luft möglichst entzogen, sondern auch tunlichst verhütet ist, daß Randteilchen sich dem Preßdruck entziehen. Der Zellstoff wird in ganzen Blättern oder vorteilhafter, da dies die Anordnung eines geschlossenen Gefäßes gestattet, schon in feine Streifen od. dgl. zerkleinert in dieses Gefäß eingebracht. In letzterem Fall ist eine bedeutend vergrößerte Angriffsfläche geschaffen, welche das Eindringen der Lauge in das Innere der Blätter wesentlich erleichtert und beschleunigt.

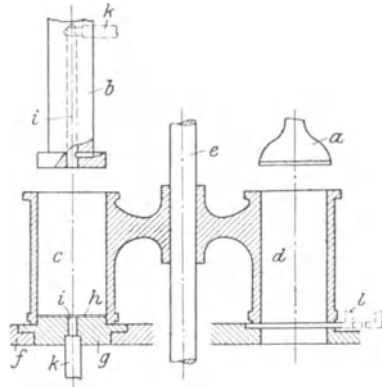


Fig. 208.

In der Fig. 208 ist beispielsweise in einem schematischen Axialschnitt der Hauptteil einer Einrichtung zur Ausübung des neuen Verfahrens veranschaulicht. Um eine senkrechte Säule *e* sind zwei unter sich gleiche, geeignet geformte Preßtöpfe *c* und *d* derart heb- und senkbar sowie schwenkbar, daß die Preßtöpfe wechselweise unter einen Vorpreßstempel *a* und einen Hauptpreßstempel *b* gebracht werden können; beide Stempel können hierbei zweckmäßig unter hydraulischem Druck gleichzeitig arbeiten. Unter dem Vorpreßstempel *a* ist am Preßtisch *f* eine abnehmbare Abschlußplatte *l* für den Preßtopf vorgesehen, unter dem Hauptpreßstempel *b* ist im Preßtisch *f* eine Matrize *g* angebracht mit einer Bohrung *i* und einem Rohranschluß *k*. Auf die Matrize kann ein Sieb *h* gelegt werden. Bohrung *i* und Rohranschluß *k* können in ähnlicher Weise wie in der Matrize auch im Stempel *b* vorgesehen sein. Bei der beispielsweise Anordnung einer Presse gemäß der Zeichnung wird trockener, in feine Bänder od. dgl. geschnittener Zellstoff lagenweise in den Preßtopf *d* eingebracht und mit dem Vorpreßstempel *a* eingestampft. Ist die Füllung beendet, so wird der Topf *c* unter den Druckstempel *b* geschwenkt und auf die Matrize *g* dicht aufgepreßt. Durch den Rohranschluß *k* und die Bohrung *i* wird sodann solange Lauge eingepumpt, bis diese über der eingeweichten Zellstofffüllung erscheint und stehen bleibt. Hierauf wird der Hauptpreßstempel *b* langsam niedergelassen, wobei die überschüssige Menge Lauge durch die mittels Sieb *h* gegen

Verstopfung geschützte Bohrung *i* abfließt. Natürlich könnte die überschüssige Menge Lauge auch oben oder gleichzeitig oben und unten abgeführt werden. Zur Erzielung eines möglichst vollkommenen Luftabschlusses kann vor dem Einpumpen der Lauge der Hauptstempel *b* soweit niedergelassen werden, daß er den Preßtopf *c* oben völlig abschließt. In diesem Falle ist der Hauptpreßstempel *b* mit geeigneter Vorrichtung zum Entweichen der in die Zellstofffüllung eingeschlossenen Luft versehen, z. B. mit der punktiert in der Zeichnung angedeuteten Bohrung *i* nebst Rohranschluß *k*. Ist der Preßstempel soweit niedergelassen, so wird nun solange von unten Lauge eingepumpt, bis solche bei der zunächst als Luftabfuhrkanal gedacht gewesenen Bohrung *i* abfließt. Die Lauge könnte statt eingepumpt auch durch Rohrleitung *k* von unten oder oben eingesaugt oder auch statt von unten, von oben durch Rohrleitung *k* eingepumpt werden. Nachdem der Druck die erforderliche Zeitdauer auf die Füllung eingewirkt hat, wird der Stempel *b* hochgezogen, der Preßtopf ausgeschwenkt, der gewonnene Alkalizellstoff unter dem Vorpreßstempel *a* bei abgenommener Abschlußplatte *l* nach unten ausgestoßen und nun mit dem inzwischen geladenen anderen Preßtopf wieder in gleicher Weise verfahren.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Tränkung von Zellstoff mit Lauge für Zwecke der Viskoseherstellung, wobei sowohl die Zuführung der Lauge zum Zellstoff als auch die Entfernung der überschüssigen Lauge in einem und demselben Gefäß vorgenommen wird, gekennzeichnet durch die Verwendung eines Gefäßes, das durch den Preßstempel seinen Abschluß findet, derart, daß nicht nur die Lauge dem Einfluß der atmosphärischen Luft möglichst entzogen, sondern auch tunlichst verhütet ist, daß Randteilchen sich dem Preßdruck entziehen.

2. Einrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch mindestens 2 Preßtöpfe, die wechselweise mit einem Vorpreßstempel (zwecks Festdrückens der Zellstoffstücke) oder mit Einlaßvorrichtungen für Lauge oder mit einem Preßstempel (zwecks Auspressens der überschüssigen Lauge) und Ablaßvorrichtungen für die Lauge zusammenwirken, in solcher Anordnung, daß ein Preßtopf gefüllt werden kann, während in dem oder den anderen Preßtöpfen die Tränkung und Pressung stattfindet.

Nach Venter.

472. O. Venter, Chemnitz. Verfahren zur Herstellung von Viskose.

D.R.P. 408 594 Kl. 12o vom 28. IV. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 412 763.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkalizellulose zur weiteren Verarbeitung auf Viskose, insbesondere für Kunstfäden. Der Zellstoff kommt nicht in Pappform, sondern zerkleinert zur Verwendung. Der Stoff kann auch noch vorteilhafter und billiger, ohne Sieb und Walzenpresse durchlaufen zu haben, unmittelbar vom Bleich- und Waschkolländer weg entnäßt werden. Hierauf wird er in geeigneter (z. B. mit Rührflügeln und heizbarem Doppelmantel ausgestatteter) Maschine unter mäßiger Wärme bis zu einem bestimmten Grad getrocknet, wozu die Wärme des überflüssigen, abfließenden

heißen Kondenswassers benutzt werden kann. In der gleichen, aber abgekühlten Maschine kann dann auch die Natronlauge in der notwendigen Menge und Stärke zugegeben werden. Ein Überschuß von Lauge kommt somit nicht in Frage, wodurch bedeutende Ersparnis an Natronlauge erzielt wird; ebenso sind Zeit- und Kraftersparnis damit verbunden, weil das scharfe Auspressen von überschüssiger Lauge unter hohem Druck vermieden wird. Auch das lästige Hantieren mit den mit Natronlauge getränkten Pappfolien fällt weg. Nach einem bekannten Verfahren wird der auf besondere Weise vorbereitete Zellstoff mit Natronlauge in einem Kollergang oder einer Mühle zermahlen. Bei der Zerfaserung der Alkalizellulose findet ein Zerdrücken und Zerreiben des Stoffes statt, die Masse fällt mehlig aus, bildet auch bei längerer Behandlung leicht ein schmieriges Gemenge an den arbeitenden Teilen und Gefäßwänden oder wird klumpig. Die nachfolgende Behandlung mit Schwefelkohlenstoff ist deshalb schwer gleichmäßig durchzuführen, besonders dann, wenn die erforderliche Erwärmung eintritt. Nach einem weiteren bekannten Verfahren wird die Zellulose in einer geschlossenen Kugelmühle verarbeitet. Sie kommt im zerkleinerten Zustand in diese, wird mit Natronlauge versetzt und dem Mahlen durch bewegte Kugeln unterworfen, um die Zerfaserung zu bewirken. Dieses Mahlen kommt letzten Endes dem Zerdrücken und Zerreiben eines Kollerganges oder einer Mühle gleich mit den vorher erwähnten Nachteilen. Bei den vielen hierbei notwendigen Kugeln vermehrt sich das Anbacken des Stoffes an diese.

Bei dem neuen Verfahren sind diese Übelstände ausgeschlossen. Es besteht darin, daß die mit Alkalilauge getränkte, vorzerkleinerte Zellulose mehrfach durch eine oder durch mehrere hintereinandergeschaltete Schneide- und Mischmaschinen hindurchgeführt wird, so daß die eigentliche Zerkleinerung bei gleichzeitiger inniger Vermischung erfolgt, wobei der Feinheitsgrad der Zerkleinerung durch gelochte Messerscheiben bestimmt wird. Geeignet hierzu ist z. B. die bekannte Fleischschneidemaschine, der Fleischwolf.

In der Fig. 209 ist als Beispiel eine solche Maschine dargestellt. Die Schnecke *a* der Maschine bewirkt den Vorschub des Gutes, und durch ihre Druck- und Preßwirkung gegen das Schneidmesser *b* und die gelochte Messerscheibe *c* erfolgt die Zerkleinerung und Mischung, wobei es gleichgültig ist, ob das Messer bewegt wird und die Scheibe feststeht oder umgekehrt. Um die Zerkleinerung sicher auf den nötigen Feinheitsgrad zu bringen, läßt man das Gut die erwähnte Maschine wiederholt durchlaufen. Bei erstmaligem Durchführen ist es praktischer, eine Messerscheibe mit größerer Bohrung zu benutzen, für die weiteren Durchgänge wählt man nach und nach feinere Lochung. Vorteilhaft ist es, mehrere solcher Zerkleinerungsmaschinen hintereinander zu schalten, so daß das Gut selbsttätig aus einer Maschine in die andere

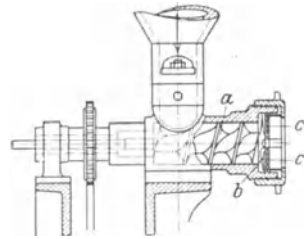


Fig. 209.

kommt. Es ist auch klar, daß man beim Hintereinanderschalten mehrerer Maschinen mit verschieden gelochten Messerscheiben arbeiten kann, ebenso hat man es in der Hand, die einzelnen Maschinen mit verschiedener Geschwindigkeit laufen zu lassen. Hintereinander geschaltete Maschinen lassen sich auch so untereinander verbinden, daß die atmosphärische Luft abgeschlossen ist; man kann dann die Maschinen z. B. auch zum Sulfidieren verwenden. Die Maschinen haben bei großer Leistungsfähigkeit und geringem Gewicht den Vorzug der Billigkeit und können ortsfest und fahrbar ausgeführt werden.

Das neue Zerkleinerungsverfahren ergibt bei stark verkürzter Arbeitskraft und bedeutender Kraftersparnis gegenüber Kollergang oder Mühlen eine Alkalizellulose von einer für das nachfolgende Sulfidieren und Verflüssigen besonders geeigneten Beschaffenheit; denn die Masse verläßt die Maschine in vielfach geschnittenen, einzelnen feinen Fäden, die sich leicht lösen und zerfallen, ohne eine Neigung zum Zusammenbacken oder Zusammenklumpen zu haben, weshalb sich das Verfahren besonders zur Herstellung von Viskose für Kunstfäden eignet.

Zur Herstellung von Alkalizellulose wird ferner der Wurster-Zerfaserer benutzt, der außer dem Einwurftrog meist aus 3 oder 2 eigentlichen Zerfaserungssegmenten besteht und mit 2 durchgehenden Achsen versehen ist, welche mit Flügeln armiert sind, die die Mischung der Zellulose mit Alkali bewerkstelligen. Eine eigentliche Zerkleinerung bis zum für die nachfolgende Sulfidierung notwendigen Grade findet dabei nicht statt, da nur eine Zerfaserung des Gutes erzielt wird, welche die ursprüngliche Faserlänge unberührt läßt. Anschaffungskosten und Kraftbedarf sind sehr hoch. Letzterer ist etwa 8–10 mal größer als bei dem Verfahren der Erfindung. Beim Verarbeiten des Gutes tritt außerdem eine hohe Erwärmung ein, welche auf 50–70° steigen kann und eine unliebsame Verdunstung der Feuchtigkeit mit sich bringt. Sollte der Durchgang des Gutes mehrere Male wiederholt werden, so wachsen der Zeitaufwand und die erwähnten Nachteile.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Alkalizellulose zur weiteren Verarbeitung auf Viskose, insbesondere für Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß mit Alkalilauge getränkter, zerkleinerter Zellstoff wiederholt durch eine oder durch mehrere hintereinander geschaltete, mit Transportschnecken, Schneidmessern und gelochten Messerscheiben versehene Schneid- und Mischmaschinen geführt wird.

Nach Deutsche Gasglühlicht-Auer-Gesellschaft.

473. Deutsche Gasglühlicht-Auer-Gesellschaft m. b. H., Berlin. Verfahren zum Reinigen von Zellulose mittels Ätzalkalien und zur Herstellung von mercerisierter Zellulose für die Kunstseidefabrikation.

D.R.P. 413 511 Kl. 29b vom 1. X. 1921.

Für die Herstellung von Kunstseide ist es wesentlich, eine möglichst reine Zellulose zu verwenden. Eine Reinigung der Zellulose tritt schon bei dem gewöhnlichen Mercerisieren, wie es z. B. für die Kunstseide-

fabrikation nach dem Viskoseverfahren ausgeübt wird, dadurch ein, daß ein erheblicher Teil der Mercerisierlauge abgepreßt wird. Selbstverständlich aber bleibt ein großer Teil der Verunreinigungen mit der Mercerisierlauge im Zellstoff eingeschlossen. Auch hat dieser diskontinuierliche Prozeß der Herstellung der Natronzellulose eine ganze Reihe von Unannehmlichkeiten, wie z. B. verhältnismäßig komplizierte Apparaturen (Tauchkasten, hydraulische Presse, Zerfaserer), ferner den Übelstand, daß die Arbeiter beständig der Einwirkung der ätzenden Lauge ausgesetzt sind, und endlich den, daß die hergestellte Natronzellulose bei nicht sehr sorgfältiger Arbeit nicht ganz gleichmäßig in ihrer Zusammensetzung ausfällt.

Es bedeutet also einen erheblichen technischen Fortschritt, ein Verfahren zu finden, welches ermöglicht, in einem kontinuierlichen Prozeß sowohl den Zellstoff mittels Ätzalkalien systematisch zu reinigen, wie auch die Natronzellulose von bestimmter Zusammensetzung herzustellen, wobei die Apparatur einfach ist und die Arbeiter nicht der Einwirkung der Lauge ausgesetzt sind. Das Verfahren beruht darauf, daß der Zellstoff in geeigneter Weise mit einer Alkalilauge aufgeschlagen wird, z. B. im Holländer, und in diesem aufgeschlagenen, fein verteilten Zustand mit Lauge systematisch gereinigt wird. Hierbei ist es für die Reinigung nicht notwendig, von Anfang an dieselbe Alkalikonzentration zu wählen, sondern man kann z. B. mit verdünnter Lauge anfangen. Wesentlich ist nur, daß die letzte Lauge als Mercerisierlauge, die mit dem bereits so gereinigten Zellstoff in Berührung kommt, die richtige Konzentration für den Mercerisierprozeß hat. Man erreicht also durch dieses Verfahren eine gleichzeitige Reinigung und eine außerordentlich gleichmäßige Mercerisierung des Zellstoffes. Nachdem der Zellstoff mercerisiert ist, wird er von der Natronlauge in einem kontinuierlich sich abspielenden Prozeß soweit befreit, daß man eine Natronzellulose mit einem solchen Gehalt an Natronlauge und Wasser erhält, wie dies für die Herstellung von Kunstseide wünschenswert ist.

Bei der Herstellung von Viskose strebt man einen Gehalt von 2 bis 3 T. Ätzlauge von 18% NaOH auf 1 T. trockener Zellulose in der fertigen Natronzellulose an. Die Befreiung von der überschüssigen Natronlauge kann z. B. entweder in einer Zentrifuge oder aber auch so erfolgen, daß die mercerisierte Natronzellulose auf einem kontinuierlich sich fortbewegenden Sieb vorentwässert und dann in einer Presse, die aus 2 in entgegengesetzter Richtung sich drehenden Walzen besteht, ausgepreßt wird. Durch Regeln des Preßdruckes kann der Ätznatrongehalt beliebig eingestellt werden. Bei dieser Art des Verfahrens hat man den Vorteil, daß die für die Mercerisierung notwendige überschüssige konzentrierte Lauge aus dem vorher gereinigten Zellstoff kaum Verunreinigungen mehr aufnimmt und daher für weitere Mercerisierungen ohne weiteres verwendet werden kann. Dies bedeutet naturgemäß eine nennenswerte Ersparnis an konzentrierter Ätzlauge. Das wie obenbeschrieben gewonnene, von überschüssiger Natronlauge befreite, dünne, lockere Vlies von Natronzellulose kann man dann in einem Zerreißapparat in einfachster Weise so verteilen, daß die Natron-

zellulose zur unmittelbaren Weiterverarbeitung in der Kunstseideherstellung, z. B. für die Xanthogenierung, geeignet ist. Dieser ganze Prozeß kann natürlich so durchgeführt werden, daß die Arbeiter der Einwirkung der Ätzlauge gar nicht ausgesetzt sind.

Der wesentliche technische Vorteil dieser ganzen Kombination ist der, daß man in einem Prozeß den Zellstoff reinigt und in feinsten Verteilung außerordentlich gleichmäßig mercerisiert und dann ohne komplizierte Vorrichtungen in kontinuierlichem Prozeß von überschüssiger Lauge befreit und gleichzeitig den Zellstoff in einer für die Weiterverarbeitung geeigneten Form erhält. Die so hergestellte Natronzellulose eignet sich z. B. ganz hervorragend für die Herstellung von Viskoseseide. Ein weiterer Vorteil ist der, daß die Verluste an Ätznatron gering sind, und daß die konzentrierte Mercerisierlauge aufs beste ausgenutzt werden kann. Von großem Vorteil ist ferner, daß die hergestellte Natronzellulose nicht mehr in einem Zerfaserer zerteilt wird, wobei sie immer einer für die Xanthogenierung ungünstigen Knetwirkung ausgesetzt ist.

Bei einer Bereitung von Natronzellulose verfuhr man bisher so, daß man den Zellstoff in Kollergängen oder Zerfasern mit der Alkalilauge innig durchmischte, oder daß man Zellstoffpappe in Form von Platten, Rollen oder Schnitzeln mit der Alkalilauge durchtränkte, entweder so, daß man eine bestimmte Menge Lauge einfach von der Zellstoffpappe aufsaugen ließ, oder daß man Lauge in Gefäßen unter Druck hineinpreßte und die überschüssige Lauge wieder entfernte. Durch Durchmischen in Kollergängen oder Zerfaserern erzielte man zwar eine innige Mischung von Zellstoff und Alkali. Eine Entfernung der alkalilöslichen Verunreinigungen der entstandenen Natronzellulose wurde hier aber weder ermöglicht noch angestrebt.

Bei der Verarbeitung von Zellstoffpappe in Form von Platten, Rollen oder Schnitzeln wird aber eine gleichmäßige Durchtränkung des Zellstoffes nicht erreicht, da sich die Lauge schon an den zuerst benetzten Schichten der Oberfläche mit dem Zellstoff umsetzt und so an Konzentration einbüßt, so daß die inneren Zellulosepartikelchen nur noch mit schwächerer Lauge zusammentreffen und weniger vollständig umgesetzt werden. Außerdem bleiben auch hier die in Alkali löslichen Verunreinigungen in mehr oder minder großer Menge in der Zellulose zurück. Nur die neue Arbeitsweise ermöglicht eine vollkommene, gleichmäßige Durchtränkung bei gleichzeitiger systematischer Reinigung des Zellstoffes von allen alkalilöslichen Verunreinigungen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Reinigen von Zellulose mittels Ätzalkalien und zur Herstellung von mercerisierter Zellulose für die Kunstseidefabrikation, dadurch gekennzeichnet, daß man die Zellulose in fein verteiltem Zustand mit Alkalilauge systematisch reinigt, mercerisiert und dann von der überschüssigen Mercerisierlauge in kontinuierlichem Prozeß befreit.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Natronzellulose mittels Sieb und Presse von überschüssiger Mercerisierlauge befreit und so ein Vlies von Natronzellulose herstellt,

das einer weiteren nur groben Zerteilung für die Xanthogenierung bedarf, wobei durch Einstellung des Preßdruckes der Ätznatrongehalt auf gewünschter Höhe gehalten wird.

474. Deutsche Gasglühlicht-Auer-Gesellschaft, Berlin (Chemische Werke vorm. Auerges. Kommanditges., Berlin). Alkalizellulose, Zellulosexanthate, Zelluloselösungen.

Brit. P. 225 565 vom 18. XI. 1924 (Prior. 29. XI. 1923).

Die Viskosität von Lösungen von Zellulose oder Zellulosederivaten, wie Viskose, wird bestimmt durch die Aufnahmefähigkeit des ursprünglichen Zellulosematerials für Alkalilösungen. Die Absorptionskraft wird gemessen durch Messen der Gewichtsmenge einer Ätzkalilösung von bestimmter Stärke, die durch eine bestimmte Menge Pappe aufgenommen wird. Je höher die Absorptionskraft ist, desto weiter muß die Reife der Alkalizellulose getrieben werden, entweder durch Verlängerung der Zeit oder durch Verwendung stärkeren Alkalis, z. B. von 24%, gegenüber der gewöhnlichen Stärke von 18%.

Nach Pinel.

475. A. Pinel, Rouen. Alkalizellulose, Viskose.

Brit. P. 194 693 vom 1. III. 1923 (Prior. 7. III. 1922); franz. P. 548 290; schweiz. P. 103 860.

Das Reifen der Alkalizellulose wird beschleunigt und gleichmäßiger gemacht, wenn die Masse unter Rühren etwa 2—3 Stunden auf 50—60° erhitzt wird. Man arbeitet z. B. in einer drehbaren Trommel mit Heizeinrichtung; nach vollendeter Reife und vor Umwandlung der Alkalizellulose in Viskose wird durch Wasser gekühlt.

Nach Seel.

476. P. C. Seel, Rochester, N. Y. (Eastman Kodak Company). Verfahren zur Herstellung von Alkalizellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 469 824 vom 9. X. 1923, angem. 27. I. 1923.

Zur Herstellung pulverförmiger, innig gemischter Alkalizellulose, die zur Veresterung geeignet ist, wird Zellulose, Ätznatron und Wasser zunächst in einer Kugelmühle so vermahlen, daß die Innenwand der Mühle und die Kugeln von einer dichten Masse umgeben sind, die dann herausgebrochen und in der Mühle fein vermahlen wird. (Zeichnungen.)

Nach Hawlik und Sintl.

477. H. Hawlik, Chemische Textilwerke, Breslau, und O. Sintl, Mähr.-Chrostau. Alkalizellulose, Zellulosexanthate, Herstellung von Fäden daraus.

Brit. P. 229 678 vom 18. II. 1925 (Prior. 18. II. 1924).

In Alkalizellulose überzuführende Zellulose wird ein- oder mehrmals mit der Abfalleuge einer vorhergehenden Operation behandelt und schließlich mit frischer Lauge der Stärke, die beim Mercerisieren verwendet wird. Dadurch werden die Hemizellulosen vollkommener

ausgezogen, die aus der Alkalizellulose erhaltene Viskose ist von besserer Beschaffenheit, die daraus erhaltene Seide hat hohe Festigkeit und hohen Glanz. Auch können Zellulosen verarbeitet werden, die sonst ihres hohen Hemizellulosegehaltes wegen nicht verarbeitet werden können. Es kann im Gegenstrom gearbeitet werden oder in einer Diffusionsbatterie oder in einem Zentrifugalapparat. Nach jeder Behandlung wird die Lauge auf ihre ursprüngliche Ätzalkalistärke zurückgebracht.

Nach La soie artificielle.

478. La soie artificielle société anonyme française, Paris. Verfahren zur Regenerierung von Natronabfallaugen, welche Zellosederivate gelöst enthalten.

D.R.P. 252 179 Kl. 29b vom 10. I. 1912 (gelöscht); franz. P. 449 457; brit. P. 1573¹⁹¹²; schweiz. P. 58 424.

Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß die verunreinigten Laugen mit Schwermetallsalzen in geeigneter Weise behandelt werden. Am besten eignen sich dazu die Kupferverbindungen. Zweckmäßig verfährt man dabei so, daß man Kupferoxydhydrat als solches oder gelöst in Ätzkali oder in Ammoniak oder in einer alkalischen Flüssigkeit, z. B. durch Einbringen von Kupfervitriol, Kupferammonsulfat oder einer sonst passenden Kupferverbindung entstehend, verwendet. Die gelösten Zellosederivate gehen bei passender Konzentration und Temperatur der Lauge rasch Kupfernatronverbindungen ein, die in Natronlauge selbst unlöslich sind. Sie scheiden sich deshalb als anfänglich gelatinöse, aber bald dichter werdende Massen aus und können durch Filtration oder andere mechanische Verfahren, wie z. B. Abschleudern von der Lauge, getrennt werden. Wenn die Menge des Kupfers der Menge der gelösten Zellosederivate durch Vorversuche richtig angepaßt war, so ist die Lauge nachher fast frei von solchen.

Beispiel. Vorversuch: 100 ccm Abfallauge werden solange mit einer Lösung von 10 g krist. Kupfersulfat im Liter unter starkem Schütteln versetzt, bis eine Probe der abfiltrierten Flüssigkeit keinen Niederschlag von Kupferzellosederivaten mehr gibt. Dieser Punkt ist schon daran kenntlich, daß sich die Lauge durch sich lösende Mengen überschüssigen Kupferhydroxydes blau färbt. Hat man z. B. 90 ccm Kupferlösung verbraucht, so hat man 0,90 g kristallisiertes Kupfersulfat auf 100 ccm Natronlauge nötig, d. h. 9 kg auf 1 cbm zu reinigender Lauge. Ist dieser Vorversuch ausgeführt, so bringt man in einen mit Rührwerk versehenen Kessel 1 cbm der Abfallauge, z. B. mit 16–17% Ätznatrongehalt, und fügt dazu 1 cbm Wasser, in dem 9 kg kristallisiertes Kupfersulfat gelöst wird, im Verlauf von $\frac{1}{2}$ Stunde unter kräftigem Rühren langsam zu. Nach weiteren 2 Stunden Rührens ist die Umsetzung vollendet, der Niederschlag genügend dicht, um in einer Filterpresse Kuchen zu bilden, wenn das Magma durchgetrieben wird. Die abfließende, in dem betreffenden Fall etwa 8% ige Lauge ist klar. Spuren Kupfer können, wenn sie störend sind, leicht durch Zugabe von etwas Schwefelnatrium zur Lauge und z. B. nochmalige Filtration über den Kuchen in der Presse entfernt werden. Statt der Kupferverbin-

dungen können auch andere in Natronlauge so gut wie unlösliche Schwermetallhydroxyde, z. B. Nickel-, Kobalt- oder Eisenhydroxyd, angewendet werden. In allen Fällen muß die Fällung längere Zeit an der Luft gerührt werden, um gründlich zu werden. Die Niederschläge filtrieren leicht schon in der Kälte. Um die Lauge nicht mit Salzen zu verunreinigen, benutzt man am besten die frisch gefällten, durch Dekantieren gewaschenen Hydroxyde.

Patentanspruch: Verfahren zur Regenerierung von Natronabfalllaugen, welche Zellosederivate gelöst enthalten, dadurch gekennzeichnet, daß diese Laugen bei passender Konzentration und Temperatur mit Schwermetallsalzen, vorzugsweise Kupferverbindungen, verrührt werden und die Lauge von dem entstandenen unlöslichen Niederschlag in passender Weise getrennt wird.

Nach Küttner.

479. Firma Fr. Küttner, Pirna a. E. Verfahren zum Reinigen von Natronlaugen, die durch kolloidal gelöste Stoffe verunreinigt sind.

D.R.P. 287 092 Kl. 29b vom 1. VII. 1914 (gelöscht).

Es ist auf verschiedene Weise versucht worden, Natronlaugen, welche bei der Behandlung von Zellulose, Holzstoff und ähnlichen Stoffen abfallen, zu reinigen; denn diese Laugen sind infolge der aufgenommenen organischen Stoffe unbrauchbar. Man hat vorgeschlagen, die Natronlaugen einzudampfen, zu kalzinieren und zu kaustizieren, wodurch die organischen Stoffe beseitigt wurden. In der Patentschrift 252 179 (s. vorstehend) ist beschrieben, die Hemizellulosen aus der Natronlauge dadurch zu entfernen, daß man Kupfersalze hineinbringt, wodurch in der Lauge sich die Kupfernatronverbindungen der Hemizellulose usw. bilden, die sich ausflocken und abfiltrieren lassen.

Es ist nun gefunden worden, daß die schädlichen, gelösten Verunreinigungen der Natronlauge aus Kolloiden bestehen und durch Dialyse entfernt werden können. Das auf dieser Erkenntnis beruhende neue Verfahren unterscheidet sich von dem vorher beschriebenen deshalb besonders vorteilhaft, weil es gestattet, mit einfachen Mitteln die Laugen von den Kolloiden zu befreien, ohne fremde Stoffe in die Lauge zu bringen. Wenn man außerdem nach dem Prinzip des Gegenstromes arbeitet, so erhält man schließlich eine reine Lauge, die in ihrer Konzentration der Ausgangslauge nahekommt. Die Ausführung des Verfahrens geschieht beispielsweise in der Weise, daß man die zu dialysierende Natronlauge in Blasen aus Pergamentpapier oder in eiserne Zellen bringt, die mit Pergamentpapierwänden versehen sind, und die man von Wasser umspülen läßt. Man verwendet eine geeignete Dialysierapparatur, wobei man Sorge tragen muß, daß stets mehrere Zellen hintereinander angeordnet sind, so daß das Wasser, welches die eine Zelle umflossen hat, um die nächste Zelle herumgeleitet wird. Das Wasser wird sich bei seinem Gang um die Zellen an Natronlauge anreichern, so daß es schließlich eine Natronlauge darstellt, welche fast die Kon-

zentration der zu reinigenden Lauge angenommen hat. Es ist ferner nötig, Sorge zu tragen, daß die zu reinigende Lauge in entgegengesetzter Richtung wie der Wasserstrom von Zelle zu Zelle fließt, oder daß man die Rohrleitungen und Hähne, welche die Zellen mit den Dialysiermembranen einerseits und andererseits die Gefäße miteinander verbinden, so schaltet, daß sich die beiden Flüssigkeiten im Gegenstrom bewegen. Es muß dabei bewirkt werden, daß stets die frische, unreine Lauge mit dem laugehaltigen Wasser in Berührung kommt, welches schon alle anderen Zellen durchströmt hat, und umgekehrt, daß das frische Wasser nur an diejenige unreine Lauge herankommt, an der bereits alle anderen laugehaltigen Wasser vorbeigelaufen sind. Da die Natronlauge sehr begierig Kohlensäure anzieht, muß man in geschlossenem Gefäß arbeiten. Als dialysierende Membran dient Pergamentpapier; man kann aber auch andere Membranen, wie Osmosetuch, Asbestdiaphragmen, poröse Ton- oder Zementplatten oder geeignet imprägnierte oder mit Niederschlägen versehene Tonplatten verwenden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Reinigen von Natronlauge, die durch kolloidal gelöste Stoffe verunreinigt sind, dadurch gekennzeichnet, daß man die Lauge einem Dialysierprozeß gegen Wasser oder verdünnte reine Lauge unterwirft.

2. Ausführung zur Reinigung von Natronlauge, dadurch gekennzeichnet, daß man Wasser und die zu reinigende Lauge nach dem Prinzip des Gegenstromes aneinander vorbeifließen läßt.

Nach Küttner, Profeld und Sidler.

480. Firma Fr. Küttner, E. Profeld und Dr. E. Sidler, Pirna. Verfahren zum Reinigen durch organische Beimengungen verunreinigter und gefärbter Ablaugen.

• D.R.P. 322 461 Kl. 55b vom 8. VII. 1919 (gelöscht).

Die Laugen werden in offenem Gefäß unter gleichzeitiger Oxydation bis zur Ausscheidung der organischen Stoffe eingedickt. Die organischen Stoffe scheiden sich in Flockenform aus. Nachdem sich die heiße Natronlauge geklärt hat, wird sie von dem Bodensatz abgezogen. Oder die verunreinigte Lauge wird solange unter Einblasen von Luft eingedampft, bis die organische Substanz verkohlt. Als Oxydationsmittel kann außer Luft z. B. Salpeter dienen. Das Verfahren hat sich besonders bei solchen Laugen bewährt, die durch Hemizellulose verunreinigt sind, also bei Abfallaugen aus der Mercerisation oder der Viskosefabrikation. Die in der Lauge gelöste Hemizellulose verwandelt sich offenbar in unlösliche Oxyzellulose.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Reinigen von durch organische Beimengungen verunreinigten und gefärbten alkalischen Ablaugen, dadurch gekennzeichnet, daß die Laugen in einem offenen Gefäß unter gleichzeitiger Oxydation bis zur Ausscheidung der organischen Stoffe eingedickt werden.

2. Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Lauge unter Einblasen von Luft bis zur Verkohlung der organischen Stoffe erhitzt wird.

3. Verfahren nach Patentanspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß Oxydationsmittel wie Salpeter zugefügt werden, bis die organischen Stoffe sich in Flockenform und bei längerem Erhitzen als Kohle ausscheiden.

4. Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Lauge mit festem Ätznatron auf etwa 50° Bé konzentriert und bis zur Ausscheidung der organischen Stoffe erhitzt und oxydiert wird.

Nach Küttner und Profeld.

481. Fr. Küttner, Kunstseidespinnerei, und E. Profeld, Pirna a. E. Verfahren zum Reinigen durch Hemizellulose verunreinigter Alkalilaugen.

D.R.P. 355 836 Kl. 55b vom 22. II. 1921.

Die Laugen werden ohne Wärmezufuhr zur Abscheidung der organischen Stoffe mit einem Oxydationsmittel wie Wasserstoffsperoxyd, Ozon usw. in Gegenwart als Katalysatoren wirkender Metalle wie Kupfer, Blei usw. behandelt. Die Oxydation kann in Gefäßen aus Metallen, die als Katalysatoren wirken, vorgenommen werden. Die gelösten Zelluloseabkömmlinge scheiden sich an der Oberfläche des Metalls unter Entfärbung der Lauge ab. Je größer die Metalloberfläche ist, desto vollkommener ist die Reinigung.

Nach dem

Zusatzpatent 381 798 vom 28. V. 1922.

werden statt Wasserstoffsperoxyd oder Ozon Peroxyde der Alkalien oder alkalischen Erden in Gegenwart katalytisch wirkender Metalle verwendet. Die zur Oxydation kommende Lauge wird gerührt oder bewegt.

Nach Sidler, Steude und Küttner.

482. Dr. E. Sidler, Dr. M. Steude und Fr. Küttner, Kunstseidespinnerei, Pirna a. E. Verfahren zur Regenerierung mit organischen Stoffen verunreinigter Alkalilaugen.

D.R.P. 388 791 Kl. 12b vom 12. IX. 1922.

Es ist bekannt, daß man mit Hilfe des elektrischen Stromes unter Benutzung von Quecksilberkathoden Laugen von organischen Bestandteilen reinigen kann. Das Verfahren besteht darin, daß Alkali amalgam gebildet wird, welches dann durch Wasser zersetzt, reine Laugen gibt. Es ist ferner bekannt, in Gegenwart von Kupfer und oxydierenden Stoffen Ausscheidungen von Hemizellulose vorzunehmen, wobei aber nicht die gesamte Hemizellulose zur Ausfällung kommt.

Das vorliegende Verfahren besteht darin, daß man ebenfalls elektrischen Strom durch die Laugen schickt. An Stelle von Quecksilberelektroden verwendet man Elektroden aus Metallen, welche der höheren Spannungsreihe angehören, wie z. B. Kupfer, Blei usw. Unter dem Einfluß des sich gleichzeitig entwickelnden Sauerstoffs verwandelt sich bei hemizellulosehaltigen Laugen die Hemizellulose offenbar in Oxyzellulose, die sich als unlöslicher Schleim an der Anode ausscheidet.

Es ist möglich, daß das Metall der Anode als Katalysator wirkt und so den Vorgang beschleunigt, denn Platinanoden haben keine Wirkung. Mit diesem Verfahren ist es möglich, fast die gesamte Hemizellulose zur Ausscheidung zu bringen, während alle bisher bekannten Methoden ein quantitatives Ergebnis nicht gestatteten. Die Ausführung erfolgt in der Weise, daß man durch eine mit Hemizellulose verunreinigte Lauge einen schwachen elektrischen Gleichstrom von etwa 2—4 Volt schickt. Die Anode ist aus Kupfer, vorteilhafterweise wird der Inhalt gerührt, dabei scheidet sich an der Anode die unlösliche Zellulose (Oxyzellulose) in Form von dicken blauen Flocken ab, die man durch Filtration oder Dekantierung von der gereinigten Lauge scheidet. Die Lauge, die vorher braun gefärbt ist, nimmt einen hellen Ton an.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Regenerierung von mit organischen Stoffen verunreinigten Alkalilaugen dadurch gekennzeichnet, daß man die Laugen mit Kupferanoden elektrolysiert.

2. Verfahren nach Anspruch 1 unter Verwendung von Anoden aus anderen Metallen der höheren Spannungsreihe.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

483. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Aufarbeitung von Zellulosenatronabfallauge.

D.R.P. 406 497 Kl. 12b vom 21. IX. 1922; brit. P. 204 322; franz. P. 570 860; Ver. St. Amer. P. 1 490 499 (A. Zart u. L. Monkemeyer, Oberbruch).

Natronlauge löst bei der Einwirkung auf Holzstoff und Zellulose organische Stoffe heraus. Diese organischen Stoffe können durch Zusatz von Schwermetallsalzen, wie Kupfersulfat, aus der Abfallauge gefällt werden (D.R.P. 252 179)¹⁾. Nach dem Abpressen der Lauge von dem Schlamm bildet dieser einen lästigen Abfall, mit dem wertvolle Stoffe wie Natron und Kupfer in bisher nicht verwendungsfähiger Form verloren gehen, oder aus dem sie nur auf umständliche Art nutzbringend wiedergewonnen werden können. Es wurde nun eine Aufarbeitung des Schlammes gefunden, bei der in überraschend einfacher Weise das Kupfer und Natron wiedergewonnen werden. Das Verfahren besteht darin, daß man den Schlamm im Autoklaven eine bestimmte Zeit erhitzt, z. B. 3 Stunden auf 3 Atm. Dabei geht der organische Anteil des Niederschlages in Lösung und das Kupfer fällt vollständig als Kupferoxydul oder metallisches Kupfer aus. Man erhält eine Lauge, die trotz ihrer braunen Färbung für viele Zwecke noch gut verwendbar ist, und sämtliches Kupfer als Kupferoxydul wieder zurück. Bei geringem Druck muß man entsprechend länger erhitzen. Bei Anwendung von hohem Druck kann man die Erhitzung abkürzen.

Patentanspruch: Verfahren, aus schwermetall-, vor allem kupferhaltigen Schlamm, der bei der Reinigung von Zellulosenatronabfallauge nach dem Verfahren des Patentes 252 179 entsteht, das Natron und das Kupfer wiederzugewinnen, darin bestehend, daß man den Schlamm im Autoklaven bis zur Lösung des organischen Anteiles erhitzt.

¹⁾ Siehe S. 434.

Nach Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation.

484. Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin-Treptow. Verfahren zur Aufarbeitung des aus der Reinigung zellulosehaltiger Alkalilaugen mit Schwermetallen herrührenden Schlammes.

D.R.P. 419 665 Kl. 12 n vom 16. IX. 1924.

Bei der Reinigung zellulosehaltiger Abfallaugen, z. B. solcher der Viskosefabrikation, mit Hilfe von Schwermetallen oder deren Verbindungen, entsteht ein aus Metallhydroxyden, z. B. Kupferhydroxyd, und Abbauprodukten der Zellulose bestehender Schlamm, der außerdem noch größere Mengen Natronlauge einschließt. Die Aufarbeitung der schleimigen Masse zwecks Wiedergewinnung der Metalle, insbesondere des Kupfers und der Natronlauge, ist mit erheblichen Schwierigkeiten verbunden.

Es wurde nun gefunden, daß eine Wiedergewinnung des Kupfers und der Natronlauge in einfachster Weise möglich ist, wenn man den Schlamm solange bei gewöhnlichem Druck, zweckmäßig unter Rühren, erhitzt, bis das Kupferhydroxyd zu Kupferoxydul und metallischem Kupfer reduziert und die organische Substanz in Lösung gegangen ist. Man verfährt z. B. derart, daß man einen Teil des in dem Schlamm enthaltenen Wassers verdampft und nach beendeter Reduktion wieder soviel Wasser zugibt, daß sich das Kupferoxydul leicht in der Natronlauge absetzt. Oder man erhitzt die schlammige Masse unter Rückfluß solange, bis das gleiche Ergebnis erreicht ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Aufarbeitung des aus der Reinigung zellulosehaltiger Alkalilaugen mit Schwermetallen herrührenden Schlammes unter Wiedergewinnung der wesentlichen Bestandteile, dadurch gekennzeichnet, daß man den Schlamm bei gewöhnlichem Druck solange erhitzt, bis sich die organische Substanz in der Lauge löst und das Schwermetall in gewinnbarer Form vorliegt.

Nach d'Ans und Chemische Werke vorm. Auergesellschaft.

485. J. d'Ans und Chemische Werke vorm. Auergesellschaft, Kommanditgesellschaft, Berlin. Verfahren zum Reinigen von Ätzalkalilösungen.

Brit. P. 217 685 vom 6. IV. 1923; franz. P. 559 515.

In alkalischen Flüssigkeiten, wie sie z. B. beim Mercerisieren oder Abkochen von Zellulose erhalten werden, werden die organischen Stoffe mit Chlorsauerstoffverbindungen oder Stickstoffsauerstoffverbindungen, wie Chloraten, Nitraten oder Nitriten, unter Druck in Gegenwart von Katalysatoren, wie Schwermetallen, ihren Oxyden oder Salzen, zerstört. Die Lösung läuft in feiner Verteilung durch einen turmartigen Autoklaven durch den Katalysator. Man behandelt z. B. die zellulosehaltige Lauge bei 140–180° mit Natriumchlorat und Natriumnitrat in Gegenwart von Kupferdrahtnetz oder einem Gemisch von Kohle und Eisenoxyd. Zur Erleichterung der Reaktion kann Sauerstoff zugeführt werden; das gebildete Alkalikarbonat wird kaustiziert.

Nach La Soie de Chatillon.

486. La Soie de Chatillon, Soc. anon. Ital. Elektrisches Verfahren zur Regenerierung unreiner Lösungen, die von verschiedenen chemischen Behandlungen herrühren.

Franz. P. 575 633 vom 10. I. 1924 (Prior. Italien 13. I. 1923).

Die z. B. von der Herstellung der Alkalizellulose herrührende unreine Natronlauge wird in einem durch ein poröses Diaphragma getrennten Apparat der Elektrosmose unterworfen. Die Lauge wird in den Teil des Apparates eingebracht, der mit einer Anode aus Eisen versehen ist; in dem anderen Teil befindet sich eine Kathode aus geeignetem Stoff. Aus diesem Teil des Apparates wird die gereinigte Lauge abgezogen. (Zeichnung.)

Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Zellulose-xanthogenat (Viskose) im allgemeinen.

Für die Herstellung künstlicher Fäden aus Viskose kommen folgende Verfahren in Betracht:

Nach Stearn.

487. Ch. H. Stearn. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Bogen, Filmen u. dgl. aus Viskose.

D.R.P. 108 511 Kl. 29 vom 18. X. 1898 (gelöscht); brit. P. 1020¹⁸⁹⁸; schweiz. P. 19 135; Ver. St. Amer. P. 622 087.

Die Erfindung bezieht sich auf die Verarbeitung des im Handel unter dem Namen „Viskoid“ oder „Viskose“ erhältlichen wasserlöslichen Zellulosederivates zu Fäden, Bogen, endlosen Längen usw. für verschiedenartige Verwendung, z. B. als Bogen für Druck- und Schreibzwecke, als Filme für photographische und kinematographische Zwecke, als Garn zur Herstellung von Geweben u. a. m. Zu diesem Zwecke wird die Viskoselösung, welche durch sorgfältige Bereitung und schließliche Filtration möglichst homogen gestaltet ist, in bekannter Weise durch ein Fällbad geleitet, welches aus Ammonsalzen, insbesondere Chlorammonium, bereitet ist. In der Anwendung eines Fällbades aus Ammonsalzen, insbesondere Chlorammonium, besteht das Wesen der vorliegenden Erfindung. Die Herstellung des wasserlöslichen Zellulosederivates „Viskoid“ (Viskose) ist durch die Patentschrift 70 999¹⁾ bekannt geworden; ebenso die Möglichkeit, das Derivat mittels Kochsallauge oder starken Alkohols aus seiner Lösung zu fällen. Die Patentschrift beschreibt die zur Reinigung der Viskose ausgeführte Fällung mit Alkohol.

Es wurde festgestellt, daß, wenn man zur angegebenen Verarbeitung des Viskoids ein Fällbad aus Kochsalz, Alkohol oder den übrigen für die Fällung von Zellulose bekannten Reagenzien benutzt, die geformte (fadenförmige, bogenförmige usw.) Ausfällung noch längere Zeit einen klebrigen Zustand beibehält, außerdem das Ausziehen der Viskoselösungen aus der Formöffnung (Loch, Schlitz) langsam erfolgen muß.

¹⁾ Siehe S. 367.

Es wurde dann gefunden, daß diese und andere die technische Verwendung zum vorliegenden Zwecke beeinträchtigenden Übelstände wirksamst behoben werden, wenn man zur Fällung Ammonsalze, insbesondere Chlorammonium, anwendet. Durch die Behandlung mit diesen Mitteln verschwindet sofort die Klebrigkeit, derart, daß die Fäden sofort verzwirrt und aufgespult, die Filme usw. sogleich aufgebläut werden können. Zugleich besitzt das gefällte Material eine solche Festigkeit, daß die Bildung einer nur oberflächlichen Haut schon gestattet, die Fäden sehr rasch auszuziehen. Es wird hierdurch ermöglicht, die Erfindung so auszuführen, daß man durch sehr rasches Durchziehen die Form gibt und dann die Vervollständigung der Umwandlung bis in den innersten Kern durch eine Nachbehandlung mit Ammonsalzlösung (Chlorammonium) bewirkt. Es wurde sehr zweckmäßig gefunden, die Nachbehandlung in der Art auszuführen, daß man anfangs mit kalter, dann mit kochender Lösung behandelt. Der Erfinder schreibt den ganz wesentlichen technischen Fortschritt, der im obigen dargelegt ist, der stattfindenden eigentümlichen Reaktion zu: es bildet sich nämlich durch die Einwirkung des Ammonsalzes (Chlorammoniums) ein absolut alkalifreies Thioprodukt (10—17% Schwefelgehalt auf Zellulose berechnet), welches als Zellulose-Ester der Zellulosexanthogensäure angesprochen wird.

In Ausführung der Erfindung wird am zweckmäßigsten in der nachstehenden Weise verfahren: Zur Bereitung der Viskose wird reinste gebleichte Zellulose von möglichst lockerer Struktur genommen und die wässrige Lösung des durch die Alkali- und Schwefelkohlenstoffbehandlung erhaltenen Produktes nach längerem, unter Kühlung vorgenommenen Rühren sorgfältig filtriert, wonach man die Lösung noch mittels Luftpumpe entlüften kann. Die filtrierte Lösung, welche man zweckmäßig mit einem Gehalt von 9,5—10% an Zellulose herstellt, wird nun in bekannter Weise zur Herstellung von Fäden durch ein feines Loch, zur Herstellung von Bogen, Filmen usw. durch einen feinen Schlitz in das Chlorammoniumbad gespritzt und der Faden oder Film im Bade aufgespult oder aufgebläut, oder man läßt das Gebilde sich lose auf dem Boden des Bades anhäufen. Am zweckdienlichsten hat sich die Anwendung eines Chlorammoniumbades vom spez. Gew. 1,050—1,060 ergeben. Das Produkt wird nunmehr etwa 6—12 Stunden lang in ein kaltes, frisches Chlorammoniumbad gelegt und hiernach einige Minuten lang mit Chlorammonium gekocht. Schließlich befreit man durch Kochen mit Wasser von anhaftendem Chlorammonium. Es empfiehlt sich, das Produkt der folgenden Nachbehandlung zu unterziehen: man taucht einige Zeit in eine kochende Lösung von Natriumkarbonat (Waschsoda), wäscht mit Wasser, behandelt mit einem Bleichbad (z. B. einer Lösung von unterchlorigsäurem Natrium), bis die Färbung weggenommen ist, wäscht gründlich mit Wasser, behandelt mit verdünnter Säure, wäscht wieder und trocknet unter Gespannthalten. Die erhaltenen Produkte sind durchaus ebenmäßig und von befriedigender Stärke; sie ertragen die Behandlung mit einer heißen, starken Sodalösung (Seifenlösung) und sind zu einem äußerst billigen Preise herstellbar.

Patentansprüche: 1. Ein Verfahren, Fäden, Filme u. dgl. herzustellen durch Passieren einer Viskoselösung in oder durch ein Fällbad, dadurch gekennzeichnet, daß man die filtrierte Viskoselösung in bzw. durch ein aus Ammoniumsalzen, insbesondere Chlorammonium, bereitetes Bad leitet.

2. Eine Ausführungsform des unter 1. geschützten Verfahrens, bei welcher das im Passierbad erhaltene Produkt einer Nachbehandlung, zunächst während mehrerer Stunden in einem kalten, schließlich für einige Minuten in einem kochenden Bade aus Ammonsalzen, insbesondere Chlorammonium, unterzogen wird.

488. Ch. H. Stearn, Westminster, und F. T. Woodley, Plumstead. Herstellung von Fäden, Blättern oder Filmen aus Zellulose.

Brit. P. 2529¹⁹⁰²; Ver. St. Amer. P. 725 016.

Gereinigte und von salzartigen Beimengungen befreite Viskose läßt sich aus ihrer Lösung in Wasser oder Natronlauge durch sehr schwache Säuren fällen, während rohe Viskose durch einen Überschuß von z. B. Essigsäure nicht gefällt wird. Dies Verhalten kann zur Ausfällung der Viskose, z. B. bei der Herstellung künstlicher Fäden, benutzt werden. Rohe Viskose wird z. B. durch gesättigte Salzlösung oder die Lösung einer Ammoniumverbindung gefällt und mit verdünntem Salzwasser ausgewaschen, bis die alkalischen Nebenprodukte entfernt sind. Das Zellulosexanthat wird dann in Alkalilauge oder Wasser bei gewöhnlicher Temperatur gelöst, wobei die Alkalimenge so zu bemessen ist, daß der geeignete Flüssigkeitsgrad erreicht ist. Die Lösung wird dann noch 1—2 Tage bei 15—20° C gehalten, wodurch sie vollkommen durch schwache Säuren fällbar wird, und dann in bekannter Weise auf Fäden verarbeitet. In dem Fällbade verwendet man verdünnte Schwefelsäure von etwa 9%, Salzsäure von etwa 7%, Essigsäure von 10—20% und verstärkt die Säuren entsprechend der Neutralisierung, die sie durch das Alkali der Lösung erfahren. Das Fällbad wird auf 10—20° C gehalten. Statt der Säure kann eine saure, leicht dissoziierende Verbindung, z. B. Aluminium- oder Chromsulfat, verwendet werden.

489. Ch. H. Stearn, Westminster. Herstellung von Fäden aus Zellulose.

Brit. P. 7023¹⁹⁰³; Ver. St. Amer. P. 716 778; franz. P. 330 753.

Die Viskose, das Zellulosenatriumxanthogenat, verändert sich beim Lagern in der Weise, daß die mit dem Zelluloserest in Verbindung getretenen Komplexe sich allmählich abspalten. Gibt man der zuerst entstehenden Verbindung die Formel $C_6H_9O_5CS_2Na$, so entstehen auf diese Weise nach und nach Verbindungen der Formeln $C_{12}H_{19}O_{10}CS_2Na$, $C_{18}H_{29}O_{15}CS_2Na$, $C_{24}H_{39}O_{20}CS_2Na$ usw., die in ihren Eigenschaften von der ursprünglichen Verbindung abweichen. Während die ursprüngliche Verbindung mit Wasser, Salzwasser, Natronlauge, Essig- oder Milchsäure leicht und ohne Zersetzung löslich ist, ist die C_{12} -Verbindung löslich in Wasser, Natronlauge und schwachen Säuren, wird aber durch Salzwasser in eine gelatinöse Masse verwandelt. Die C_{24} -Verbindung ist unlöslich in Wasser und den genannten Säuren, aber löslich in Natron-

lauge von geeigneter Stärke. Wird die überschüssige Natronlauge neutralisiert, so wird die Verbindung als gelatinöse Masse gefällt. Die Art dieser Umwandlung hängt von der Zeit und der Temperatur ab, bei höherer Temperatur vollzieht sie sich schneller, bei einer Temperatur von 15,5° C ist nach etwa 7 Tagen das C₂₄-Xanthogenat entstanden. Dieses ist das geeignetste für die Erzeugung von Fäden, weil es durch verhältnismäßig milde Fällungsmittel in die gelatinöse Form übergeht. Das beste Fällungsmittel ist eine Lösung von Ammoniumsulfat, doch können auch andere Neutralisierungsmittel, welche die Fäden nicht schädlich beeinflussen, angewendet werden. Zum Spinnen wird eine etwa 6% Zellulose enthaltende Lösung verwendet. Nach der Fadenbildung wird zur Zersetzung der Viskose erhitzt und schließlich 1 Stunde mit Dampf von etwa 100° C behandelt. Dann wird mit Wasser gewaschen und zur Erzielung von Glanz unter Streckung getrocknet.

Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.

490. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Frankfurt a. M. Herstellung farbloser Zellulosefäden.

Brit. P. 17 503¹⁹⁰²; franz. P. 323 474; Ver. St. Amer. P. 724 020.

Bei der Fällung der Viskose mit Chlorammoniumlösung geht die Umwandlung in Zellulosehydrat nur langsam vor sich. Versuche, einen schnell fest werdenden Faden dadurch zu erzeugen, daß als Fällungsmittel Schwefelsäure verwendet wird, scheiterten bisher daran, daß der Faden eine stumpfe gelblichweiße Farbe hatte, die von der Zersetzung der Viskose oder ihrer Nebenprodukte herrührte. Dieser Übelstand wird nun dadurch beseitigt, daß der mit etwa 10% iger Schwefelsäure gefällte Faden mit entschwefelnden Mitteln nachbehandelt wird. Geeignet hierzu sind Sulphydrate, Sulfide, Sulfite und Bisulfite der Alkalien oder alkalischen Erden. Man verwendet deren konzentrierte Lösungen in der Kälte oder bei 60—80° C, weil dann die Entschwefelung schnell selbst mit verdünnten Lösungen vor sich geht. Vorteilhaft wird eine 8% ige Lösung von Natriumsulphydrat, Ammoniumsulfid, Natriumsulfit oder -bisulfit angewendet, und zwar so, daß die Fäden mit der umlaufenden Lösung behandelt werden. Nach 10—30 Minuten sind die Fäden farblos und glänzend geworden, sie werden dann mit heißem Wasser gewaschen und getrocknet.

491. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Kelsterbach b. Frankfurt a. M. Spinnbad zur Herstellung künstlicher glänzender Fäden, Filme, Bänder usw. aus Viskose.

D.R.P. 254 525 Kl. 29 b vom 10. X. 1911 (gelöscht); brit. P. 330¹⁹¹³; franz. P. 438 718; österr. P. 57 715; schweiz. P. 58 883; Ver. St. Amer. P. 1 073 891 (auch Fr. Dietler); niederl. P. 1739.

Für die Bereitung der Fällbäder zur Herstellung von künstlichen Fäden, Bändern und Filmen aus Viskose sind bis jetzt ausschließlich Mineralsäuren, entweder für sich allein oder in Mischung mit Salzen, verwendet worden. Organische Säuren haben bisher für diesen Zweck keine Verwendung gefunden, weil man der Ansicht gewesen ist, daß

sie auf das Xanthogenat nicht einwirken, sondern lediglich auf die anorganischen Verunreinigungen.

Es hat sich nun ergeben, daß diese Ansicht in bezug auf die Ameisensäure den Tatsachen nicht entspricht. Ameisensäure, schon in mäßiger Konzentration, setzt die Viskose rasch in Zellulosehydrat um. Sie kann infolgedessen direkt für sich allein oder in Kombination mit Salzlösungen als Fällmittel für Viskose zur Bereitung von künstlicher Seide, Bändern, Filmen usw. benutzt werden. Ihre Wirkung auf die Viskose geht verhältnismäßig langsam, aber genügend energisch vor sich, um einen Faden zu erzielen, der sich mit großer Geschwindigkeit aufspulen läßt, sehr wenig freien Schwefel enthält (weil die Zersetzung der schwefelhaltigen Nebenprodukte keine plötzliche, sondern eine allmähliche ist), schon auf der Spinnbobine einen charakteristischen Glanz besitzt und dessen Weiterverarbeitung außerordentlich einfach ist. Man läßt die Spule oder den Spinnkuchen einige Zeit (je nach der Stärke des Spinnbades etwa 1—2 Stunden) bei gewöhnlicher Temperatur stehen. Der Faden ist unlöslich in Wasser und kann dann gewaschen, gezwirnt, gehaspelt und gebleicht werden.

Ein geeignetes Spinnbad erhält man z. B. in folgender Weise: Man versetzt die in der Kälte gesättigte Lösung irgendeines Salzes, z. B. Kochsalz, mit Ameisensäure (konz. techn. Handelsware), und zwar derart, daß das Spinnbad im Liter bis gegen 200 g Ameisensäure enthält. Der Säuregehalt richtet sich nach dem Alkaligehalt der verwendeten Viskose und nach der Geschwindigkeit, mit welcher die gebildeten Fäden durch das Bad gezogen werden sollen. Die Ameisensäure wirkt also nicht nur auf die Verunreinigungen der Viskose ein, sondern auch auf das Zellulosexanthogenat selbst. Diese Einwirkung ist keine plötzliche, wie bei den starken Mineralsäuren, sondern schrittweise eine sich allmählich steigernde. Infolgedessen wird der Faden in einer Form abgeschieden, welche ein Mindestmaß von Nachbehandlung erfordert.

Patentansprüche: 1. Spinnbad zur Herstellung künstlicher glänzender Fäden, Filme, Bänder usw. aus Viskose, bestehend aus Ameisensäure.

2. Spinnbad nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Ameisensäure eine Salzlösung zugesetzt ist.

492. Vereinigte Kunstseidefabriken Akt.-Ges., Kelsterbach a. M. Verfahren zur Herstellung hochglänzender Fäden, Filme u. dgl. aus Viskose.

D.R.P. 267 731 Kl. 29b vom 27. VI. 1911; österr. P. 60 450; schweiz. P. 59 380; franz. P. 443 621; Ver. St. Amer. P. 1 121 903 (F. E. Dietler); belg. P. 252 405; niederl. P. 1739.

Die Verwendung angesäuerter Spinnbäder zur Herstellung eines wasserlöslichen Xanthogenatfadens aus Viskose und die darauffolgende Überführung des Xanthogenats in wasserunlösliches Zellulosehydrat ist bereits vorgeschlagen worden, ohne daß aber angegeben wurde, welcher Art dieses Fällbad sein soll, und in welchen Mengen Säure zugesetzt werden muß, um einen brauchbaren glänzenden Faden zu erhalten. Wendet man ein Spinnbad aus einer gesättigten Salzlösung an und setzt

ihm Säure zu, so erhält man, wie Versuche gezeigt haben, nicht in jedem Fall einen brauchbaren Faden. Wählt man z. B., wie es bekannt ist¹⁾, Schwefelsäure und löst darin Natriumbisulfat auf, so daß der Gehalt an freier Schwefelsäure etwa 20% beträgt, so bewirkt ein solches Spinnbad eine sofortige Umsetzung der Viskose in wasserunlösliches Zellulosehydrat, ohne daß aber der Faden glänzend wird. Nimmt man den Schwefelsäurezusatz zu gesättigter Natriumsulfatlösung geringer, z. B. 6—7%, so tritt zwar keine Umsetzung der Viskose in wasserunlösliches Zellulosehydrat mehr ein, sondern nur ein Aussalzen der Viskose. Es ergeben sich aber Schwefelabscheidungen in Form eines bläulichen Schillers in den obersten Schichten des Produktes. Löst man den Schwefel heraus, so bleiben matte Stellen zurück, die den Glanz des Endproduktes verringern. Ein Ansäuern von gesättigter Salzlösung mit nur geringem Schwefelsäurezusatz, z. B. 0,5%, läßt das Aussalzen, die Fällung, zu langsam vor sich gehen.

Alle diese Nachteile werden vermieden, wenn man den Schwefelsäurezusatz zur gesättigten Salzlösung zwischen 1 und 5% hält. Löst man also z. B. in 100 T. Wasser 10 T. neutrales schwefelsaures Natron und setzt dieser Salzlösung 1—5 T. Schwefelsäure vom spez. Gew. 1,84 zu, so erhält man ein Spinnbad, welches nicht nur ein rasches Ausfällen des Xanthogenats bewirkt, sondern auch keinerlei Schwefelausscheidungen auf der Oberfläche des Produktes bedingt. Um die Umsetzung des letzteren in wasserunlösliches Zellulosehydrat zu bewirken, wird es der üblichen Nachbehandlung unterworfen (Erwärmen, Behandlung in einem Kochsalz-Sulphydratbad od. dgl.). Das gewonnene Endprodukt ist hochglänzend, fest und elastisch.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung hochglänzender Fäden, Filme u. dgl. aus Viskose mittels eines Spinnbades aus gesättigter Salzlösung und Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, daß der gesättigten Salzlösung 1—5% Schwefelsäure zugesetzt werden.

Nach Henckel von Donnersmarck.

493. Fürst G. Henckel von Donnersmarck, Neudeck, O.-S. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden aus Viskose.

D.R.P. 152 743 Kl. 29 b vom 2. VII. 1903 (gelöscht); brit. P. 16 604¹⁹⁰³; österr. P. 16 112; franz. P. 334 515.

Die rohe Viskose enthält eine beträchtliche Menge von Alkalisulfiden, welche bei der bekannten Fällung der Viskose mit Ammoniumsalzen mit letzteren in Reaktion treten und u. a. Veranlassung zur Bildung von Ammoniumsulfid und Ammoniumsulphydrat geben. Während man nach den Angaben der Ver. St. Amer. Patentschrift 724 020²⁾ vermuten sollte, daß die Anwesenheit von Alkalisulfiden bei der Herstellung von Fäden aus Viskose unschädlich sei, hat sich ergeben, daß die Behandlung mit Ammoniumsalzen den Fäden noch eine länger anhaltende Klebrigkeit beläßt, infolge deren sie beim Verspinnen zusammenhaften und ein steifes, hartgriffiges Gespinnst liefern. Diese Klebrigkeit oder Weichheit

¹⁾ Siehe S. 448. — ²⁾ Siehe S. 443.

verbleibt auch dann, wenn man die Fäden einer Nachbehandlung mit verdünnten Säuren unterzieht.

Zur Beseitigung des besprochenen Übelstandes läßt man gemäß vorliegender Erfindung die aus dem Ammoniumsalzbade kommenden Fäden vor dem Verspinnen die Lösung eines solchen Metallsalzes durchlaufen, welches mit Alkalisulfiden oder Alkalihydrosulfiden unter Bildung eines unlöslichen Sulfides reagiert. Sehr zweckdienlich ist z. B. eine etwa 10%ige Lösung von schwefelsaurem Eisenoxydul. Durch diese Behandlung wird der größte Teil des in Sulfidform vorhandenen Schwefels als Eisensulfid teils in der Lösung und teils in und auf dem Faden gefällt, während die Säure des Metallsalzes das Ammoniak in wiedergewinnbarer Form bindet. Indem nun das auf den Fäden gefällte unlösliche Metallsulfid diese mit einem isolierenden Häutchen aus nicht klebendem Stoff überzieht, vollzieht sich die Verspinnung, ohne daß ein Zusammenhaften der Fäden eintritt. Dabei wird ein sehr weichgriffiges Gespinst erzeugt. Ein zweckdienlicher Ersatz für das oben angeführte Eisenoxydulsulfat besteht in löslichen Zink- und Manganoxydulsalzen; im allgemeinen sind alle Salze verwendbar, welche sich mit den in der Viskose enthaltenen Schwefelammoniumverbindungen unter Bildung eines fixen Ammonsalzes zu unlöslichen Sulfiden umsetzen. Die Bildung der u. U. gefärbten Metallsulfidniederschläge übt keine schädliche Wirkung auf die Beschaffenheit des Produktes aus; man kann sie nach gehöriger Erstarrung der Fäden leicht dadurch entfernen, daß man das Gespinst durch verdünnte Säuren hindurchführt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man der bekannten Behandlung der Viskosefäden mit Ammoniumsalzen eine Behandlung mit einer zur Umsetzung der dabei gebildeten Schwefelammoniumverbindungen geeigneten Metallsalzlösung folgen läßt, zu dem Zwecke, die für den Spinnprozeß schädliche klebrige Beschaffenheit der Fäden zu beseitigen.

494. Fürst G. Henckel von Donnersmarck, Neudeck, O.-S. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden aus Viskose.

D.R.P. 153 817 Kl. 29b vom 28. I. 1904, Zus. z. P. 152 743 (gelöscht).

Es wurde gefunden, daß das durch das Patent 152 743 (s. vorstehend) geschützte Verfahren, nach welchem die Viskosefäden behufs Sicherung gegen Zusammenkleben mit Metallsulfid überzogen werden, auch in der Weise ausgeführt werden kann, daß man das Metallsalz direkt dem Ammoniumsalzbade zusetzt. Wendet man z. B. Eisensulfat an, von welchem man der gesättigten Ammonsalzlösung bis zu 10% zusetzen kann, so kommen die Fäden ebenso schwarz gefärbt aus dem Fällungsbade, wie sie bei Anwendung getrennter Bäder das Eisensalzbade verlassen. Die Nachbehandlung erfolgt in gleicher Weise, wie in dem Hauptpatent beschrieben.

Patentanspruch: Ausführungsform des durch Patent 152 743 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß man die Metallsalze unmittelbar dem Ammoniaksalzbade hinzufügt.

Nach Ernst.

495. Ch. A. Ernst, Lansdowne. Herstellung von Fäden aus Viskose.
Ver. St. Amer. P. 792 888.

Als Fällflüssigkeit für die Viskosefäden wird Methylalkohol benutzt, dem 6% Essigsäure zugesetzt ist. Die Mischung wird mit Natriumacetat gesättigt. Die ausgeschiedenen Fäden werden sofort aufgewickelt und in einem Gemisch aus Methylalkohol und Essigsäure wird die Viskose zersetzt. Danach wird gewaschen und getrocknet. Das Verfahren soll ein schnelles Arbeiten gestatten und das Produkt nicht beeinträchtigen.

496. Ch. A. Ernst, Lansdowne. Herstellung von Fäden aus Viskose.
Ver. St. Amer. P. 798 027.

Ausfällen von Viskosefäden mit Säure liefert leicht ein weiches Produkt, wenn die mit der sauren Flüssigkeit durchtränkten Fäden einige Zeit der Luft ausgesetzt werden. Eine genügende Befreiung der Fäden von freiem Alkali, welches die Fäden leicht verklebt, läßt sich dadurch erreichen, daß als Fällflüssigkeit eine Lösung von Natrium- und Ammoniumbikarbonat sowie von Ammoniumsulfat verwendet wird. Das freie Alkali der Viskoselösung wird durch die Kohlensäure der Bikarbonate gebunden, und das Ammoniumsulfat wirkt koagulierend. Die Umwandlung der Fäden in Zellulose geschieht durch Ammoniumsulfat.

497. Ch. A. Ernst, Lansdowne. Herstellung von Fäden aus Viskose.
Ver. St. Amer. P. 863 793.

Um das „Reifenlassen“ der Viskose zu umgehen und die weitere Einwirkung des Schwefelkohlenstoffes auf die Zellulose zu vermeiden, die zu störenden Ausscheidungen führt, wird das Zellulosexanthogenat in schwacher Natronlauge gelöst, der eine geeignete Menge Natriumsulfit zugesetzt ist. Als Fällbad dient Natriumbisulfitlösung, und mit Natriumbisulfitlösung wird der gefällte Faden nachbehandelt, bis die Umwandlung in Zellulose vollkommen ist.

498. Ch. A. Ernst, Lansdowne (S. W. Pettit). Herstellung von Fäden aus Viskose.
Ver. St. Amer. P. 896 715.

Zellulosexanthogenat wird in Natronlauge von 5% oder mehr gelöst, und mit einer Säure oder einem sauren Salze wird ein Teil des Alkalis neutralisiert¹⁾. So behandelte Viskose bleibt einen Tag und länger vollkommen klar gelöst und gleichmäßig; sie ist jedoch unbeständiger als vor dem Säurezusatz. Gefällt wird mit einem schwachen Säurebad, worauf die Fäden sofort aufgespult werden. Auf den Spulen werden sie dann mit einem Fixierungsmittel, z. B. Natriumbisulfitlösung, nachbehandelt.

¹⁾ Siehe schweiz. P. 71 312 S. 395.

Nach Pissarev.**499. S. Pissarev.** Herstellung von Fäden oder Häutchen aus Viskose.

Franz. P. 357 056; brit. P. 16 533¹⁹⁰⁵; österr. P. 29 835.

Zur Fällung der Viskose werden nicht wie bisher Säuren, Alkohol, Kochsalz oder Ammoniumsalze, sondern Salze organischer Basen, z. B. von Anilin, Naphthylamin, Pyridin usw., verwendet. Die Basen lassen sich aus den Fäden leicht wieder entfernen; außerdem hat das Verfahren den Vorteil, daß mit der Fällung die Färbung der Fäden mit z. B. Anilinschwarz durch Oxydieren in der bekannten Weise verbunden werden kann.

Nach Société française de la Viscose.**500. Société française de la Viscose.** Verbesserung im Spinnen von Viskosefäden.

Franz. P. 361 319; brit. P. 8045¹⁹⁰⁶.

Um das Zusammenkleben der einzelnen Viskosefäden beim Spinnen zu verhindern, wird eine Mischung von Natrium- oder Kaliumaluminat und Alkalisilikat zu der zu verspinnenden Lösung gegeben, oder sie wird an Stelle der bisher zu dem gleichen Zweck verwendeten Eisenoxydulsulfatlösung in der Weise benutzt, daß die Fäden unmittelbar nach ihrer Bildung in die Mischung gebracht werden. Das erstere Verfahren ist vorzuziehen.

Nach Müller.**501. Dr. M. Müller, Altdamm.** (Übertragen auf Verein. Glanzstoff-Fabriken A.-G.) Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden, Bänder, Filme, Platten aus Viskose.

D.R.P. 187 947 Kl. 29b vom 2. V. 1905; österr. P. 33 678; franz. P. 365 776; schweiz. P. 42 306; brit. P. 10 094¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 836 452.

Es ist bekannt, daß man glänzende Fäden, Filme, Bänder od. dgl. aus Viskose erzeugen kann, wenn man deren Lösungen aus geeignet geformten Querschnitten in Ammoniumsulfatlösung oder in Säuren treten läßt. Bei Verwendung von Schwefelsäure für den angegebenen Zweck zeigt es sich, daß verdünnte Säure nur langsam einwirkt und das vorhandene Wasser dem Faden oder Film eine schleimige Beschaffenheit verleiht, die bei der weiteren Verarbeitung großen Materialverlust hervorbringt. Unterstützt man die Wirkung verdünnter Säure durch Wärme, so ist der Faden zwar fester und leichter zu bearbeiten; da aber die gasförmigen Zersetzungsprodukte der Viskoselösung, z. B. Schwefelwasserstoff, Kohlensäure, in warmer Flüssigkeit nahezu unlöslich oder doch schwer löslich sind, so entweichen sie als Gase und treten gelegentlich als Bläschen durch die Wandungen des die erste Stufe der Fadenbildung darstellenden Schlauches von Zellulosehydrat hindurch. Eine große Reihe von Versuchen, bei denen Schwefelsäure verschiedener Konzentration (von 5—40% Schwefelsäuregehalt) verwendet wurde, zeigte, daß alle erhaltenen Fäden bei mikroskopischer Betrachtung nicht mehr die Form eines glatten, mit einigen Längsstreifen versehenen Ge-

bildes haben, sondern daß sie entfernte Ähnlichkeit aufweisen mit einem Faden, der mit feinen Schuppen dicht besetzt ist. In ganz ähnlicher Weise wirkt konzentrierte Schwefelsäure auf die Viskoselösung ein. Hier entweichen die gasförmigen Produkte in Ermangelung eines Lösungsmittels, und die Bildung eines glänzenden Fadens, Bandes od. dgl. wird völlig vereitelt. Verdünnt man aber die Schwefelsäure so weit, daß die störende Gasentwicklung vermieden wird, und arbeitet man zu gleicher Zeit der erweichenden Einwirkung des Verdünnungswassers auf den eben entstehenden Faden dadurch entgegen, daß man eine angemessene Menge eines Salzes hinzufügt, so erhält man ein Erzeugnis von hervorragenden Eigenschaften hinsichtlich Stärke, Glanz und Elastizität. Es eignen sich dazu alle löslichen Sulfate, auch die der Schwermetalle, und naturgemäß auch alle diejenigen Salze und Oxyde, überhaupt alle Stoffe, die sich in Berührung mit Schwefelsäure in Sulfate verwandeln.

Ein sehr geeignetes Fällungsbad erhält man z. B., wenn man 40 kg Natriumbisulfat in 60 kg Wasser auflöst und 7 kg Schwefelsäure von 66% hinzufügt. Die Säurekonzentration entspricht etwa 20%. Die Sulfate an sich, ohne Zusatz von Säure, sind zur Erzeugung glänzender Gebilde von Zellulosehydrat aus Viskoselösung ungeeignet, ausgenommen allein das Ammoniumsulfat. Dieses verwandelt die Viskose zunächst in zellulosexanthogensaures Ammonium, das sich sofort weiter unter Abscheidung von Zellulosehydrat zersetzt. Da die Viskoselösungen einen hohen Gehalt an freiem Natron besitzen, so ist es unausbleiblich, daß fast das gesamte Ammoniak in Gasform entweicht, zumal die Fälllösungen bei erhöhter Temperatur angewendet werden müssen. Das Verfahren wird daher bei dem hohen Handelswert des Ammoniaks durch die Verluste oder durch die kostspielige Apparatur zu dessen Wiedergewinnung erheblich verteuert. Andere Sulfate sind für sich allein für den vorliegenden Zweck ungeeignet; denn die einen, z. B. Zink- oder Magnesiumsulfat, geben mit Viskoselösung durch Wechselzersetzung unlösliche Salze der Zellulosethiokarbonsäure, aus denen erst durch weitere geeignete Einwirkung Zellulosehydrat abgeschieden werden kann. Die anderen, z. B. Kalium- oder Natriumsulfat, fällen einfach Viskose, die in Salzlösung unlöslich ist, aus, und erst die weitere Behandlung der „ausgesalzenen“ Viskose durch chemische Mittel oder Wärme kann die Bildung von Zellulosehydrat herbeiführen. Es gelingt z. B. mit konzentriertester Glaubersalzlösung nicht, glänzende Fäden aus Viskoselösung herzustellen; dagegen ist das eben beschriebene, aus Bisulfatlösung und Schwefelsäure zusammengesetzte Fällbad schon bei Zimmertemperatur hierzu geeignet. Der geringe Handelswert der angewendeten Materialien und die Annehmlichkeit, die gesamte Ausgabe an Bisulfat, Schwefelsäure und Ätznatron mit Leichtigkeit in Form von Glaubersalz nutzbar zu machen, sind geeignet, dem Bisulfatverfahren gegenüber der Verwendung von Ammoniumsulfat den Vorrang zu sichern. Um das nach diesem Verfahren erzielte hochglänzende Zersetzungsprodukt der Viskose in Form von Fäden, Bändern usw. zu erhalten, läßt man die genügend gereinigte und konzentrierte Viskoselösung aus geeignet geformten Querschnitten in die beschriebene Zersetzungslösung eintreten und sammelt

das ausgeschiedene Zellulosehydrat durch Aufspulen, Aufhaspeln oder in anderer Weise, um es für die weitere Bearbeitung in handliche Form zu bringen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden, Bänder, Filme, Platten aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man Viskoselösung aus entsprechend geformten Öffnungen in Schwefelsäure treten läßt, in welcher ein Salz, vorzugsweise ein Sulfat, aufgelöst ist.

Das Verfahren hat praktisch große Bedeutung erlangt.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges.

502. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von Zellulosefäden, Filmen u. dgl. aus Zellulose durch Einspritzen von Viskose in ein Mineralsäurebad. D.R.P. 240 846 Kl. 29 b vom 26. IX. 1908; franz. P. 394 586 (Société française de la Viscose); Ver. St. Amer. P. 970 589 (L. Ph. Wilson); schweiz. P. 43 016; brit. P. 21 405¹⁹⁰⁷ (auch G. Courtauld & Co. Ltd.) und 5595¹⁹⁰⁸.

Es ist bekannt, daß beim Einpressen von geeigneter Viskoselösung in reine Schwefelsäure zwar Fadenbildung eintritt, die Fäden aber wertlos sind, weil der sich abscheidende Schwefel den Faden trübe und unansehnlich macht, und er es auch bleibt, wenn man ihn mit schwefel-lösenden Mitteln behandelt. Die Patentschrift 187 947 (s. vorstehend) brachte die Erkenntnis, daß die Trübung des Fadens abnimmt in dem Maße, als das Schwefelsäurebad an Salzgehalt zunimmt. Es tritt somit gleichzeitig eine Aussalzung und eine Zersetzung ein, ohne daß der genauere Mechanismus der Reaktion ersichtlich wäre, jedenfalls aber so, daß die Zersetzung in unschädlicher Weise erfolgt. Immerhin entspricht auch dieser Faden noch nicht den höchsten Anforderungen an Glanz. Es mag dies daran liegen, daß noch eine gewisse Oxydation des Schwefelwasserstoffes an der Luft stattfindet. Es hat sich nun gezeigt, daß ein technisch ungemein wertvolles, außerordentlich glänzendes Produkt erhalten wird, wenn man dem sauren Salzbad einen organischen Stoff zusetzt, der geeignet ist, die Oxydation des entweichenden Schwefelwasserstoffes in irgendeiner Weise zu verhindern. Als solche Stoffe sind in erster Linie zu nennen die reduzierend wirkende Glykose, ferner Glycerin und andere mehrwertige Alkohole, auch Fettsäuren. Da diese Stoffe ebenfalls fällend, nicht aber direkt zersetzend auf die Viskose wirken, also ähnliche Funktionen haben wie die Salze, so kann bei Verwendung dieser Stoffe der sonst nötige hohe Salzgehalt der Bäder entsprechend herabgesetzt werden. Es wird dadurch auch das lästige und zu mancherlei Unzuträglichkeiten Anlaß gebende Auskristallisieren des Salzes vermieden. Als Sulfat kann vorteilhaft Ammoniumsulfat, in gewissen Fällen auch Magnesiumsulfat als mitaussalzender Körper in Anwendung gebracht werden.

Beispiele: I. 8 H₂SO₄, 7,5 Glykose, 17,5 Ammonsulfat, 100 Wasser.
II. 8 H₂SO₄, 7¹/₂ Glykose, 6 MgSO₄.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zellulosefäden, Filmen u. dgl. aus Zellulose durch Einspritzen von Viskose in ein

Mineralsäurebad, dadurch gekennzeichnet, daß man als Fällbad eine Lösung von Säure mit Salzen (Ammoniumsulfat, Magnesiumsulfat) und organischen Stoffen (Glykose, mehrwertige Alkohole, Fettsäuren) verwendet.

503. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von Textil- und anderen Fäden, Bändern, Filmen usw. aus Viskose.

D.R.P. 260 479 Kl. 29b vom 16. IX. 1911; österr. P. 63 722; brit. P. 406¹⁹¹¹ (S. Courtauld & Co. Ltd., London, und S. S. Napper, Coventry); schweiz. P. 57 506; franz. P. 434 501; Ver. St. Amer. P. 1 045 731.

Die Regenerierung von Zellulose in Form von Textil- und anderen Fäden, Bändern oder Filmen aus Viskose geschieht durch sog. Fällbäder. Es sind zwei verschiedene Klassen solcher Bäder für den Zweck benutzt worden, nämlich: I. Bäder aus Salzlösungen, z. B. heißer wäßriger Lösung von Ammonsulfat, aus welcher die Viskose zunächst als Xanthat gefällt wird: II. Bäder, in welchen unter Umständen direkt die Zellulose in einer hydratierten Form regeneriert werden kann. Es ist eine ganze Reihe von verschiedenen Bädern dieser zweiten Klasse in Anwendung gekommen. Sie bestehen aus verdünnter Schwefelsäure unter Zusatz verschiedener Stoffe, z. B. Metallsulfate, Glykose u. dgl., allein oder zusammen und kommen meist ebenfalls bei erhöhter Temperatur zur Verwendung.

Die vorliegende Erfindung besteht in einer Verbesserung der Bäder nach Klasse II, nämlich darin, daß man den Bädern eine kleine Menge eines Zinksalzes, vorzugsweise Zinksulfat, oder von Zink selbst, oder einer Zinkverbindung, welche durch die Einwirkung der Säure des Bades in ein Zinksalz verwandelt wird, zusetzt und dann diese Bäder zur Regenerierung der Zellulose aus Viskose benutzt.

Beispiel I. Schwefelsäure 8,5 Gwte., Glykose 9 Gwte., Ammonsulfat 4 Gwte., Natriumsulfat 12 Gwte., Zinksulfat 1 Gwt., Wasser 65,5 Gwte.

Beispiel II. Schwefelsäure 8 Gwte., Glykose 10 Gwte., Natriumsulfat 12 Gwte., Zinksulfat 1 Gwt., Wasser 69 Gwte.

Die Durchführung der Regeneration der Zellulose aus Viskose mittels solcher Bäder kann in der üblichen bekannten Weise geschehen. Die Menge des dem Bade zugesetzten oder im Bade gebildeten Zinksalzes soll praktisch 5% vom Gewichte des Bades nicht überschreiten, da eine größere Menge eher eine verschlechternde Wirkung hat. Die Benutzung des Zinksalzes im Fällbade führt zu einem Produkt, welches weniger herausstehende abgerissene Fadenenden enthält und im nassen Zustande etwas fester ist als ein Produkt, welches in einem Bade ohne Zinksalzzusatz gesponnen ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Textil- und anderen Fäden, Bändern, Filmen usw. aus Viskose, darin bestehend, daß Fällbäder verwendet werden, welche unter Umständen direkt Zellulose fällen, und denen außer Glykose oder ähnlich wirkenden Stoffen eine geringe Menge eines Zinksalzes zugesetzt oder in denen eine geringe Menge eines Zinksalzes gebildet worden ist.

504. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Filmen oder Platten.

D.R.P. 274 550 Kl. 29b vom 14. IV. 1912 (gelöscht); österr. P. 61 811; schweiz. P. 62315; franz. P. 454 011; brit. P. 2992¹⁹¹³; Ver. St. Amer. P. 1 102 237; belg. P. 253 454.

Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, zum Ausfällen geformter Gebilde aus Viskoselösungen gewisse organische Säuren, welche mit dem Natron der Viskose zerfließliche Salze bilden, in Mischung mit löslichen Salzen derselben Säuren zu verwenden. Diese Salze können gleichfalls die Natriumsalze sein. Als solche billigen Säuren kommen die nichtflüchtigen Säuren der Fettsäurereihe, wie Milchsäure und Glykolsäure, in Betracht. Versetzt man z. B. 1 l gesättigte Lösung von milchsaurem Natron mit z. B. 140 g Milchsäure, so ist dies bei Verwendung von Viskoselösung ein vorzügliches Fällbad für das Zentrifugenverfahren, welches eine befriedigende Abzugsgeschwindigkeit gestattet. Die weitere Behandlung des gefällten Fadens kann beliebig nach den bekannten Verfahren geschehen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Fäden, Filmen oder Platten, darin bestehend, daß Viskoselösung durch ein erwärmtes Fällbad geleitet wird, welches aus einer mit Milchsäure oder Glykolsäure versetzten Lösung eines Salzes (zweckmäßig des Natriumsalzes) derselben Säure besteht.

Das österr. P. spricht von möglichst weit gereifter Viskose.

505. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Filmen oder Platten.

D.R.P. 283 286 Kl. 29b vom 16. IV. 1913, Zus. z. P. 274 550.

Es hat sich gezeigt, daß statt der im Hauptpatent 274 550 (s. vorstehend) angeführten Milchsäure und Glykolsäure auch andere Oxy-säuren, die leichtlösliche Natronsalze bilden, in der zulässigen Reinheit billig zu haben und leicht zu regenerieren sind, unter gewissen Umständen mit Vorteil zur Herstellung von Zellulosefäden oder Filmen verwendbar sind. Es sind dies besonders die Weinsäure und die Zitronensäure. Gleich der Milchsäure und Glykolsäure zeichnen sie sich durch Nichtflüchtigkeit gegenüber der bereits empfohlenen Essigsäure oder Ameisensäure aus. Das Arbeiten mit den letzteren ist wegen der die Augen und die Schleimhäute stark reizenden Dämpfe auch bei bester Ventilation im Großbetriebe unmöglich. Die mittels Fruchtsäuren in Gegenwart von gesättigten Lösungen ihrer Natriumsalze erhaltenen Produkte zeichnen sich dank des milden Eingriffs der Säure durch große Klarheit und Festigkeit aus, zwei Eigenschaften, die besonders bei den Filmen, die bereits vielseitigste Anwendung finden, von größtem Wert sind. Selbstverständlich muß auch hier der Reifegrad der verwendeten Viskose behufs Erzielung des höchsten Effektes passend gewählt werden, indessen sind Unterschiede im Alter der Viskose von nicht so großer Bedeutung wie bei der Verwendung von Salzlösungen bei Gegenwart stärkerer Mineralsäuren.

Beispiel. Zitronensaures Natron 300, Zitronensäure 300, Wasser 1000 werden auf 50° erwärmt und die in üblicher Weise, z. B. etwa

100 Stunden bei 15°, gereifte Rohviskoselösung durch die üblichen feinen Düsen eingepreßt und die ausgetretenen Fäden aus dem Fällbad in bekannter Weise durch Aufwickeln auf Spulen oder Zentrifugen entfernt. Der anfangs klare, wasserlösliche Faden wird rasch weißlich; die völlige Zersetzung wird durch eine Passage in einem zweiten Bad, aus dem ersten z. B. durch fünffache Verdünnung mit Wasser hergestellt, leicht herbeigeführt. Es wird in üblicher Weise mit Wasser gewaschen und unter Spannung getrocknet, dann entschwefelt und gebleicht.

Patentansprüche: 1. Abänderung des Verfahrens nach dem Hauptpatent 274 550, dadurch gekennzeichnet, daß die dort benutzten Säuren (Milchsäure oder Glykolsäure) durch Zitronensäure oder Weinsäure ersetzt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das in Verwendung kommende Salz teilweise der Viskoselösung vor dem Verspinnen zusetzt.

506. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus frischer, nicht gereinigter Viskose mittels Mineralsäure.

D.R.P. 282 789 Kl. 29b vom 27. XI. 1913; österr. P. 75 044; franz. P. 467 165.

Es ist bekannt, daß Viskose (zellulosexanthogensaures Natron) durch Schwefelsäure unter Abscheidung von Zellulosehydrat zum Zerfall gebracht werden kann. Es ist auch bereits empfohlen worden, diese Reaktion zu benutzen, um Viskose zu Fäden zu formen, wobei der sich abscheidende Schwefel in bekannter Weise mit Schwefelnatrium weggelöst werden kann. Nach einer Angabe der Literatur gelingt es nur unter Verwendung von durch Fällung und Neuauflösung von Nebenprodukten gereinigter Viskose, mit einiger Sicherheit zu genügend glänzenden Fäden zu gelangen. Die Technik verschmähte indessen bald dies umständliche Verfahren, als es ihr gelang, die durch die Schwefelsäure allein unter den gewöhnlichen Bedingungen eintretenden Nebenreaktionen und schädliche Beeinflussung des Glanzes der erhaltenen Fäden zurückzudrängen durch Zugabe einer angemessenen Menge eines leichtlöslichen Salzes, unter Umständen auch noch organischer Stoffe, wie Zucker. Wie die französische Patentschrift 446 449¹⁾ ausführt, pflegte die Technik dazu eine Rohviskose zu verwenden, die bis zu 7 Tagen bei 15° gereift war und einer Phase C₂₄ statt der anfänglichen C₆ entsprechen soll. Die französische Patentschrift 446 449 bestätigt, daß eine Viskose in dieser Phase sich durch Schwefelsäure allein nicht mit Erfolg zu glänzenden Fäden formen läßt. Sie empfiehlt die Verwendung einer Viskose einer Phase zwischen C₁₂ und C₁₈ und irgendwelche saure Bäder bei einer Temperatur von 15°. Es hat sich nun gezeigt, daß diese Behauptung in ihrer Allgemeinheit keineswegs zutrifft.

Dagegen hat es sich gezeigt, daß sich frische, ungereinigte Viskose, also vor Erreichung der Phase C₁₂ und C₁₈, recht wohl mit Sicherheit direkt mit Schwefelsäure oder einer anderen Mineralsäure in äquivalenter Menge zu stark glänzenden Fäden formen läßt, wenn einerseits die

¹⁾ Siehe S. 476.

Schwefelsäure recht schwach, z. B. nur 10% ig und darunter, gehalten wird und die Dauer des Durchgangs des ausgepreßten Viskosestrahls durch die Säure möglichst kurz gewählt wird. Bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 40 m ist ein Durchgang von nur 3 cm passend. Die Temperatur des Fällbades ist bei dem kurzen Wege und der beim Aufwickeln auf die in der üblichen Entfernung von etwa 1 m umlaufende Spule eintretenden Kühlung durch die umgebende Luft von keiner wesentlichen Bedeutung. Es genügt daher Zimmertemperatur. Die aufgespulten Fäden sind nach einigem Stehen durchaus durchkoaguliert und können dann in üblicher Weise gewaschen, vorzugsweise unter Vermeidung von Einlaufen getrocknet und entschwefelt werden. Die Beschaffenheit der Fäden entspricht der nach dem Säure-Salzverfahren erhältlichen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus frischer, nicht gereinigter Viskose mittels Mineralsäure, dadurch gekennzeichnet, daß die Säure verhältnismäßig schwach, zu 10% und darunter, genommen und die Dauer der Passage des Viskosestrahles durch das Bad möglichst kurz gewählt wird.

Das österr. P. spricht von Viskose, die 4–5 Tage bei 15–20° belassen ist und etwa zur Stufe C₁₂–C₁₈ heranreift.

507. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden, Bänder, Filme oder Platten aus Viskose.

D.R.P. 287 955 Kl. 29b vom 15. II. 1912; österr. P. 63 635.

Aus der Patentschrift 187 947¹⁾ ist ein Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden, Bänder usw. aus Viskose bekannt, welches darin besteht, daß man Viskoselösung aus entsprechend geformten Öffnungen in Schwefelsäure treten läßt, in welcher ein Salz, vorzugsweise ein Sulfat, aufgelöst ist. Dort ist ein bestimmtes Verhältnis zwischen Säure und Salz nicht vorgeschrieben. Je nach dem Alter und der Alkalinität der Viskose pflegte man das Verhältnis etwas zu ändern, ebenso die Temperatur des Bades. Dabei ergab sich, daß bei unpassend gewählten Bedingungen der Glanz und die Weichheit des fertigen Fadens zuweilen zu wünschen übrig ließ. Diesem Übelstande kann zufolge vorliegendem Verfahren vorgebeugt werden, indem dem jeweiligen Zustande der Viskose unter Umständen Rechnung getragen wird, die keine scharfen Grenzen benötigen. Diese Umstände treten ein, wenn die Menge des Neutralsalzes gegenüber der Schwefelsäure erhöht wird. Zweckmäßigerweise spinnst man bei Temperaturen von etwa 45–50° und hält die infolge Zutretens von Natronlauge aus der Viskose stetig abnehmende Acidität des Bades so, daß sie noch unter der dem normalen reinen Bisulfat NaHSO₄ eigenen Acidität bleibt, somit stets ein Überschuß von neutralem Sulfat z. B. vorhanden ist. Ist der Säuregehalt größer, und spinnst man nicht stets Viskose von gleichem Reifezustand, so kommt es leicht vor, daß das Endprodukt nicht so glänzend und rauher ist als

¹⁾ Siehe S. 448.

sonst. Die Fäden werden mit steigendem Neutralsalzüberschuß füllig und weich, während sie bei steigendem Überschuß von freier Säure über die halbgebundene Säure härter werden. Statt die z. B. auf Spulen gesponnenen Fäden direkt mit reinem Wasser von Salz und Säure zu befreien, ist es zweckmäßig, zunächst ein Vorwaschen mit einer dünnen Bisulfatlösung vorzunehmen oder mit einem Gemisch aus dem verwendeten Fällbad und einem mehrfachen Volumen Wasser. Gewisse Verunreinigungen werden von einer solchen Flüssigkeit dem Faden leichter entzogen als durch Wasser, und der fertige Faden hat direkt einen klareren Farbton und größere Weichheit.

Das Verfahren des Patents 267 731¹⁾ schließt zwar auch schon ein ähnliches Verhältnis zwischen Säure und Salz, wie vorliegendes Verfahren, in sich. Indessen wird dort zwecks Erzeugung eines wasserlöslichen Fadens der Säuregehalt des Bades weit herabgedrückt und keine erhöhte Temperatur verwandt. Das Verfahren stellt daher eben nur die unterste Grenze eines technisch möglichen Arbeitens dar, ganz im Gegensatz zu vorliegendem Verfahren, wo mit höchstem Nutzen und in einem Zuge dank der höheren Temperatur und der höheren Acidität bei genügender Salzkonzentration direkt der wasserunlösliche Faden hergestellt werden kann.

Beispiel. Rohviskose von mittlerer Reife (etwa 4 Tage bei 18–20°) wird in bekannter Weise durch feine Düsen in ein wäßriges Fällbad eingepreßt, welches im Liter etwa 160 g Schwefelsäuremonohydrat und mehr als 240 g, also z. B. 320 g neutrales schwefelsaures Natrium (Na_2SO_4) enthält und auf 45–50° gehalten wird. Die sich bildenden Fäden werden nach Durchlaufen des Bades auf einer Strecke von etwa 100 mm von einer mit großer Geschwindigkeit (40–50 m) außerhalb des Bades umlaufenden Spule aufgenommen und auf dieser direkt mit Wasser von anhängenden Chemikalien befreit, sodann getrocknet und in üblicher Weise weiterverarbeitet oder auch vor dem eigentlichen Waschen mit Wasser noch im Fällbad vorgewaschen, das mit etwa der vierfachen Menge Wasser verdünnt worden ist. Das letztere geschieht vorteilhaft, wenn sehr viele Fädchen zu einem Bündel vereinigt werden sollen.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden, Bänder, Filme oder Platten aus Viskose unter Verwendung eines Fällbades aus Schwefelsäure, in welchem ein Salz, vorzugsweise ein Sulfat, aufgelöst ist, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Fällbad der Gehalt der in größerer Menge, als zur Erzielung eines noch wasserlöslichen Gebildes zulässig ist, vorhandenen Schwefelsäure derart gewählt wird, daß in der Salzlösung die Säure halb gebunden ist und noch überschüssiges neutrales Salz, z. B. Sulfat, verbleibt.

2. Für das Verfahren nach Anspruch 1 die Benutzung eines nach der Fällung des Fadens anzuwendenden Nachbehandlungsbades von genügender Konzentration, das z. B. 3–4% Schwefelsäure, mehr oder weniger mit neutralem Natriumsulfat gesättigt, enthält.

¹⁾ Siehe S. 444.

508. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von glänzenden Fäden aus weit gereifter Viskose mittels Mineralsäure.

D.R.P. 357 668 Kl. 29b vom 27. XI. 1913; franz. P. 467 164; brit. P. 834¹⁹¹⁴; schweiz. P. 70 123; österr. P. 72 215.

Es hat sich gezeigt, daß weiter als C_{18} gereifte, ja sogar fast bis zum Festwerden alt gewordene Viskose noch zu brauchbaren, glänzenden Fäden verarbeitet werden kann, wenn ganz bestimmte Bedingungen innegehalten werden. Säure von gewöhnlicher Temperatur führt nicht zum Ziel, ebensowenig eine z. B. 10%ige warme Säure oder Säure von höherer Konzentration, z. B. 50%, wie sie beim Spinnen von Kupferoxydammoniakzellulose verwendet wird. Hingegen gelingt es mit Sicherheit das Ziel zu erreichen, wenn eine Säure von nur 20% gewählt wird, und zwar bei einer verhältnismäßig hohen Temperatur, z. B. bei 40—50°. Es genügt in diesem Falle eine kurze Passage nicht, sondern bei der üblichen Abzugsgeschwindigkeit von 40 m empfiehlt es sich, eine Passage von 10—15 cm zu wählen. Unter diesen Umständen tritt in der alten Viskose eine so tiefgreifende molekulare Änderung ein, daß sie ein technisches Arbeiten mit dem gewünschten Erfolg zuläßt. Im Gegensatz dazu führt eine mit Salz gesättigte Säure von gleicher Konzentration bei so weit gereifter Viskose nur bei gewöhnlicher Temperatur zum Ziel. Bei höherer Temperatur wird bei Kombination der beiden Faktoren unter diesen Umständen nur ein blindes, unbrauchbares Produkt erhalten.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von glänzenden Fäden aus weit gereifter Viskose mittels Mineralsäure, dadurch gekennzeichnet, daß weit, jedenfalls über die Phase C_{18} hinaus gereifte Viskose mit mindestens 40—60° warmer Schwefelsäure von 20 Volumprozent versponnen wird.

509. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von glänzenden Fäden aus Rohviskose mittels Mineralsäuren.

Schweiz. P. 70 124.

Es wurde gefunden, daß man Rohviskose mit gutem Erfolg verspinnen kann, wenn man nach folgendem Verfahren arbeitet. Rohviskose, die wenigstens 4 Tage bei 15—20° C sich überlassen geblieben und filtriert worden ist, preßt man durch Spinndüsen hindurch und führt den erhaltenen Faden durch ein raumwarmes Bad einer höchstens 10%igen Mineralsäure. Die Dauer des Durchganges des Viskosefadens durch das Bad wählt man möglichst kurz, wickelt dann den Faden auf Spulen, wäscht mit warmem Wasser, trocknet unter Spannung und entschwefelt. Zweckmäßig kann man als Fällmittel etwa 25° C warme 10%ige Schwefelsäure verwenden. Die Dauer des Durchganges des Viskosefadens durch das Bad kann vorteilhaft dadurch bestimmt werden, daß man den Faden auf eine Länge von z. B. nur 3 cm durch dieses Bad hindurchzieht. Der Faden kann während des Aufwickelns auf die Spulen oder nachher mit warmem Wasser gewaschen werden. Man kann

unter der gewöhnlichen üblichen Abzugsgeschwindigkeit, die etwa 40 m beträgt, arbeiten. Anstatt 10% ige Schwefelsäure kann man auch eine entsprechende Lösung einer anderen Mineralsäure äquivalenter Konzentration verwenden. Man erhält glänzende Fäden guter Beschaffenheit aus Rohviskose unter Anwendung eines lediglich aus Säure ohne jeden anderen Zusatz bestehenden Fällbades. Die angegebene Konzentration und Temperatur der Säure ist dem Alter der verwendeten Viskose angepaßt, d. h., da es sich hier um jüngere Viskose handelt, ist die Konzentration der Säure verhältnismäßig gering und die Temperatur der Säure entsprechend niedrig.

510. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges., Elberfeld. Künstliche Seide.

Brit. P. 139 481 vom 24. II. 1920 (Prior. vom 25. VII. 1918); schweiz. P. 87 369; franz. P. 510 576; österr. P. 91 347.

Sehr feine Fäden aus Viskose von hohem Glanz werden dadurch erhalten, daß man die aus Öffnungen der üblichen Größe gesponnenen Fäden auszieht. Die Viskose muß den Spinnöffnungen regelmäßig und in genau abgemessenen Mengen zugeführt werden, das Spinnbad besteht aus einer stark sauren konzentrierten Salzlösung, in der bei gewöhnlicher Temperatur nur geringe Dissoziation stattfindet, und welche auf einer Temperatur bis 45° gehalten wird.

511. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung feinstfädiger Viskoseseide.

D.R.P. 308 427 Kl. 29 b vom 7. IV. 1918; franz. P. 509 451; schweiz. P. 94 412; brit. P. 166 294 (E. Bronnert).

Die Verhältnisse, welche beim Streckspinnverfahren verwirklicht werden müssen, sind bei den einzelnen Verfahren verschieden und sind in jedem Fall erst durch langwierige Versuche und Überlegungen zu ermitteln gewesen. Bei Nitrozelluloseseide war es gelungen, sehr feine Fädchen zu erzeugen durch Ausziehen des ausgespritzten Kollodiums in Stoffen, welche geeignet waren, das Lösungsmittel Äther-Alkohol wohl aufzunehmen, z. B. Terpentinöl, aber doch ein Gleichgewicht erzielen ließen, in dem dem Faden noch genug Lösungsmittel verblieb, um selbst noch weich und weiter ausziehbar zu sein. Dieses Verfahren war nicht mit Erfolg anwendbar bei den Verfahren, welche wäßrige Zelloselösungen verwenden. Bei der sog. Kupferseide ist das mit Säure oder Lauge erzeugte Fadengebilde gleich zu stark koaguliert, um eines weiteren Auszugs fähig zu sein, bei Anwendung schwächerer Chemikalien, wie Salze u. dgl., fehlt dem Gebilde die nötige Kohäsion, um im Großbetrieb durch einfachen Abzug aus einem dick ausgetretenen Faden einen sehr feinen zu erstrecken. Es mußte zu umständlichen Apparaten gegriffen werden, um bei äußerst sorgfältiger Behandlung des Fadengebildes in einer frei hängenden Flüssigkeitssäule fast reibungslos die erstrebte Feinheit durch Streckung durchführen zu können. Bei Viskoseseide ist es bis heute nicht gelungen, in technischem Maßstabe sehr feine Fädchen, z. B. von 2 Deniers, zu erzeugen. Man gelangte selbst mit den üblichen Spinn Düsen von etwa 0,10 mm und den

technischen 45 m Abzugsgeschwindigkeit nicht unter 5–6 Deniers, noch weniger mit weiteren Öffnungen.

Um so überraschender war die Beobachtung, daß es wohl gelingt, bei großer Abzugsgeschwindigkeit aus den gewöhnlichen Öffnungen von 0,10 mm sehr feine Fädchen zu erstrecken, wenn einerseits durch geeignete Vorrichtungen, z. B. die sog. bekannten Titerpumpen, für sichere, stets gleichmäßige und genau angepaßte Stoffzufuhr gesorgt wird und andererseits Fällbäder verwendet werden, deren koagulierende Kraft zwar vorhanden, aber deren das Zellulosexanthogenat zersetzende Kraft genügend heruntergemindert ist, um den in das Fällbad eintretenden Viskosestrahl noch ausziehbar zu erhalten; solche Bäder sind z. B. die sauren Sulfatbäder der Patentschrift 187 947¹⁾ bei gewöhnlicher Temperatur. Man ist dabei durchaus nicht nur an das Natriumbisulfat gebunden, sondern verwendet sogar mit Vorteil ein Gemisch der leicht löslichen Sulfate der Alkalien oder Erdmetalle; auch Bisulfit²⁾ oder Bisulfitverbindungen können Verwendung finden. Der Aciditätsgrad ist dem verwendeten Reifegrad der Viskose leicht anzupassen. Bei etwa 90 Stunden bei 18° gereifter Viskose gibt z. B. das Beispiel der Patentschrift 187 947 mit 20% Säure bei gewöhnlicher Temperatur direkt gute Resultate. Die etwa noch nötige Fixierung geschieht leicht mittels der gleichen, aber z. B. auf 45° erwärmten Bäder. Die sonstige Weiterbehandlung ist die gleiche wie sonst bei Viskoseseide.

Patentspruch: Verfahren zur Herstellung feinstfädiger Viskoseseide, dadurch gekennzeichnet, daß man die in genau abgemessener Menge regelmäßig der Düse zugeführte Viskose in ein Bad ausspritzt, das durch genügende Passivität, z. B. niedere Temperatur und damit verbundene geringe Dissoziation, zwar die Zersetzung einleitet, diese aber so langsam verlaufen läßt, daß es möglich ist, durch rasches einfaches Abziehen in an sich bekannter Weise den ursprünglichen dickeren Faden direkt zu einem sehr feinen Faden zu strecken.

Nach Bronnert.

512. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Herstellung von Viskoseseide. Brit. P. 163 817 vom 27. II. 1920; schweiz. P. 87 535; franz. P. 510 813; österr. P. 90 341.

Bei der Herstellung sehr feiner Viskosefäden nach dem Streckspinnverfahren wird die Säure des Fällbades aus mehr oder weniger stark sauren Salzlösungen, z. B. von Alkali- oder Erdalkalisulfat, so eingestellt, daß sie umgekehrt proportional der Feinheit der fertigen Fäden ist. Die Konzentration der Säure wird um so höher genommen, je feinere Fäden man erzielen will.

513. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Künstliche Seide. Brit. P. 163 466 vom 17. II. 1920; schweiz. P. 87 536; franz. P. 512 318; österr. P. 88 649.

Zur Herstellung feinsten Fäden aus Viskose nach dem Streckspinnverfahren werden als Fällbäder konzentrierte Lösungen von Ammonium-

¹⁾ Siehe S. 448. — ²⁾ S. schweiz. P. 94 414, S. 462

salzen verwendet, die verhältnismäßig wenig freie Säure, z. B. 2—5%, enthalten.

514. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Herstellung von Viskoseseide. Brit. P. 166 931 vom 22. III. 1920; schweiz. P. 87 736; Ver. St. Amer. P. 1 393 198; franz. P. 512 248.

Zur Herstellung feiner Fäden unter 6 Deniers verwendet man Spinnöffnungen von etwa 0,10 mm Durchmesser, führt die Viskose den Spinnöffnungen in genau den Mengen zu, die dem gewünschten Denier entsprechen, und benutzt verdünnte Schwefelsäure als Spinnbad. Je feiner der Faden gewünscht wird, desto höher nimmt man die Säurekonzentration im Spinnbad. Die Säuremenge im Liter wird als ein Minimum x nach der Formel berechnet

$$x = \frac{a\sqrt{o}}{\sqrt{p}},$$

das Minimum a für den Denier o ist 250 g, wenn $o = 2$ Deniers ist, daraus läßt sich x für jeden beliebigen Denier p berechnen.

515. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Künstliche Seide.

Brit. P. 169 190 vom 17. III. 1920; schweiz. P. 91 827.

Die Herstellung feiner Fäden aus Viskose gemäß dem Streckspinnverfahren der brit. Patente 163 817 (s. S. 458) und 166 931 (s. vorstehend) wird bei weit gereifter Viskose dahin abgeändert, daß als Fällbad eine gesättigte Lösung von Natriumsulfat bei 45° C benutzt wird, die 25—120 Teile Schwefelsäure im Liter enthält. Die Fäden von 1—2 Deniers sind unlöslich im Wasser und unmittelbar waschbar, die höheren Deniers müssen in einem Bade aus Schwefelsäure fixiert werden.

516. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Spinnverfahren zur Herstellung feinsten Fäden aus Rohviskoselösung unter Benutzung von saurer Ammonsulfatlösung als Fällbadflüssigkeit.

Schweiz. P. 95 355; brit. P. 170 024; franz. P. 513 566 vom 12. IV. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 393 197, 1 419 714; österr. P. 88 651.

Im schweiz. Patent 94 412¹⁾ wurde ein Verfahren zur Herstellung feinfädiger Viskoseseide unter Verwendung von sauren Salzlösungen beschrieben, das dadurch gekennzeichnet war, daß zum Zwecke der Erzeugung von Fädchen von 6—2 Deniers die sonst für gröbere Fädchen üblichen Spinnöffnungen mittlerer Weite von etwa 0,10 mm Durchmesser für alle genannten Fadennummern verwendet wurden, unter Regelung des Viskosezuflusses entsprechend der zu spinnenden Fadennummer, unter Berücksichtigung der Zahl der Düsenöffnungen und der Abzugsgeschwindigkeit, und daß eine mit Sulfaten der Alkalien und Erdalkalien in wechselnder Menge versetzte 20 volumprozentige Schwefelsäure als Spinnbad diente. Im schweiz. Patent 87 536²⁾ wurde gezeigt, daß man zur Herstellung feinstfädiger Viskoseseide von 1—2 Deniers auch Ammonsulfatlösungen benutzen kann, die mit wenig Säure versetzt sind. Im schweiz. Patent 87 736³⁾ wurde weiter auseinandergesetzt, daß man den

¹⁾ Siehe S. 457. — ²⁾ Siehe S. 458. — ³⁾ Siehe S. 459.

Näherungswert für die Minimalkonzentration eines rein schwefelsauren Spinnbades errechnen kann für jeden beliebigen Titer, vorausgesetzt, daß man auch sonst die für das Spinnen feinsten Fädchen notwendigen Vorbedingungen — Verwendung mittlerer Spinnöffnungen von 0,1 mm Durchmesser für alle Fadentiter unter 6 Deniers und Regelung der der Düse zufließenden Viskosemenge, derart, daß sie, unter Berücksichtigung der Abzugsgeschwindigkeit und der Lochzahl des Spinnkopfes, dem gewünschten Titer des Einzelfädchens entspricht — erfüllt. Es zeigte sich, daß die Konzentration der Säure, die beim Titer 2 Deniers einwandfreies Spinnen zuläßt, sich zu der gesuchten Konzentration für einen gewählten anderen Titer umgekehrt verhält wie der angenäherte Wert der Quadratwurzeln aus den zwei Fadenstärken in Deniers, oder, wenn man den gewünschten Fadentiter und den gesuchten Wert für die Schwefelsäurekonzentration mit x bezeichnet, in Zahlen ausgedrückt

$$\frac{x}{250} = \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{t}},$$

wobei die Zahl 250, zur Zahl 2 in Beziehung gesetzt, die Grammzahl Schwefelsäuremonohydrat im Liter Spinnbad für 2 Deniersfädchen bedeutet. Bei dem Versuch, die Konzentration auch für saure Ammonsulfatbäder nach derselben Formel einzustellen, stellte sich überraschenderweise heraus, daß man bei der Anwendung saurer Ammonsulfatbäder nicht nur die freie Schwefelsäure, sondern auch die im Ammonsulfat enthaltene Schwefelsäure mit in Rechnung stellen muß, derart, daß für 2 Tle. Ammonsulfat 1 Tl. freie Schwefelsäure in Anrechnung gebracht wird. Wenn man in dieser Weise die Schwefelsäure des Ammonsulfates mitberücksichtigt, gilt aber auch wieder das Gesetz, daß die Säurekonzentration, die bei den verschiedenen Fadentitern nötig ist, umgekehrt proportional ist dem angenäherten Wert der Quadratwurzel des Fadentiters.

Diese Erkenntnis führte zu einer neuen und besonderen Abart des Spinnverfahrens zur Herstellung von Viskosefäden unter 6 Deniers, die dadurch gekennzeichnet ist, daß als Fällbad ein Gemisch von Schwefelsäure und Ammonsulfatlösung verwendet wird, wobei die für die einzelnen Fadentiter erforderlichen Minimalkonzentrationen der Bäder so bemessen werden, daß die Summe aus dem Gewichte der freien Schwefelsäure und dem halben Gewichte des Ammonsulfates umgekehrt proportional ist dem angenäherten Wert der Quadratwurzel aus den Fadenstärken.

Beispiel. Die Konzentration eines Ammonsalzbades für $t = 2,7$ Deniersfädchen soll im Näherungswert berechnet werden. Man berechne zuerst den Näherungswert für ein rein schwefelsaures Bad nach schweiz. Patent 87 736 gemäß der oben angegebenen Formel; es ist:

$$\frac{x}{250} = \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{2,7}}$$

oder x angenähert gleich 215. Für 2,7 Deniersfädchen braucht man also, wenn man rein schwefelsaure Bäder verwendet, 215 g Schwefel-

säuremonohydrat im Liter. Will man nun einen Teil des Schwefelsäuremonohydrats durch Ammonsulfat ersetzen, so braucht man nach obigen Ausführungen für jedes Gramm weniger aufgewendeten Schwefelsäuremonohydrats doppelt so viel, also 2 g Ammonsulfat. Also z. B.: 200 g Schwefelsäuremonohydrat und 30 g Ammonsulfat, oder 150 g Schwefelsäuremonohydrat und 130 g Ammonsulfat, oder 125 g Schwefelsäuremonohydrat und 180 g Ammonsulfat, oder 100 g Schwefelsäuremonohydrat und 230 g Ammonsulfat im Liter Spinnbad.

Patentanspruch: Spinnverfahren zur Herstellung von Viskosefäden unter 6 Deniers, dadurch gekennzeichnet, daß als Fällbad ein Gemisch von Schwefelsäure und Ammonsulfatlösung verwendet wird, wobei die für die einzelnen Fadentiter erforderlichen Minimalkonzentrationen der Bäder so bemessen werden, daß die Summe aus dem Gewichte der freien Schwefelsäure und dem halben Gewichte des Ammoniumsulfates umgekehrt proportional ist dem angenäherten Wert der Quadratwurzel aus den Fadenstärken.

517. E. Bronnert. Verfahren zur Herstellung sehr feinfädiger Viskoseseide mittels schwach saurer Ammoniumsulfatlösungen.

Franz. P. 25 304 vom 10. VIII. 1921, Zus. z. franz. P. 513 566.

Die Erfindung bezieht sich auf eine Verbesserung des Verfahrens des Hauptpatentes¹⁾, welches die Bedingungen für Erzielung feiner Fäden jeder gewünschten Feinheit durch Spinnen von Viskose in sauren Ammoniumsulfatlösungen angegeben hat. Die Verbesserung ermöglicht einerseits eine erhebliche Verbilligung durch Verwendung von weniger Ammoniumsulfat, andererseits sind die nachstehend angegebenen Mischungsverhältnisse besonders vorteilhaft für die Wiedergewinnung der beim Spinnen gebildeten Salze und ihre Wiederverwendung als Spinnbad. Spinnt man Viskose in saure Ammoniumsulfatlösungen, so bildet sich natürlich eine gewisse Menge Natriumsulfat, welches zum geringsten Teil im Fällbad bleibt, zum größten Teil von dem Faden mit fortgeführt wird. Bei methodischem Waschen der Stränge mittels verdünnter Schwefelsäure, wodurch man fast das ganze leicht lösliche Ammoniumsulfat zurückgewinnen kann, und bei Wiederverwendung der konzentrierten Waschwässer als Fällbäder ergibt sich ein Gleichgewichtszustand zwischen den beiden Salzen, der besonders vorteilhaft ist, wenn man gleichzeitig die Konzentration der Säure unter Berücksichtigung der Ammoniumsulfatkomponente regelt. Spinnt man Fäden von 2 Denier, so kommt man z. B. zu einem Bade nachstehender Zusammensetzung, welches man leicht so konstant halten kann, wie es zur Erzielung eines sich stets gleichbleibenden Produktes erforderlich ist, wenn man konstant etwas Ammoniumsulfat und besonders Schwefelsäure aus zuvor konzentrierten Waschwässern zusetzt.

Das Spinnbad enthält im Liter: 200 g Schwefelsäure, 200 g Ammoniumsulfat, 300 g Natriumsulfat. Der Salzgehalt muß mit dem Titer abgeändert werden. Man kann auch dem Spinnbad bestimmte Mengen

¹⁾ Siehe S. 459.

Magnesiumsulfat zusetzen, sofern die Acidität des Bades dem zu spinnenden Titer entspricht, wobei das Ammoniaksalz zu berücksichtigen ist und genügend Salz vorhanden sein muß, um die Wirkung der Säure abzuschwächen. Die in salzreichen Bädern gesponnenen Fäden verkürzen sich nur sehr wenig beim Trocknen, was besonders für die Massenfabrikation von Stapelfaser erwünscht ist, wo das Trocknen unter Spannung unbequem ist.

518. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Künstliche Fäden, Viskose.

Brit. P. 190 772 vom 20. IX. 1921, Zus. z. brit. P. 170 024; schweiz. P. 101 360.

Bei der Herstellung sehr feiner Fäden aus roher Viskose nach dem Streckspinnverfahren wird ein Fällbad aus etwa 100 g Ammoniumsulfat im Liter verwendet, das mit Natrium- oder Magnesiumsulfat gesättigt ist und Schwefelsäure entsprechend dem Hauptpatent¹⁾ enthält. Die Menge Ammoniumsulfat wird äquivalent dem halben Gewicht Schwefelsäure angesehen. Natrium- und Magnesiumsulfat werden nicht berücksichtigt.

519. E. Bronnert, Mülhausen. Herstellung von Viskoseseide.

Ver. St. Amer. P. 1 458 389 vom 12. VI. 1923, angem. 17. XI. 1921.

Zur Herstellung von Viskosefäden aller Feinheiten unter 6 Deniers aus roher Viskose läßt man die Viskose durch Öffnungen, die erheblich weiter sind, als der Durchmesser des zu spinnenden Fadens bei Viskose von normaler Konsistenz beträgt, in ein Bad aus Schwefelsäure, Ammoniumsulfat und Natriumsulfat treten, wobei die Mindestkonzentration des sauren Bestandteils des Fadens umgekehrt proportional der Quadratwurzel aus der Denierzahl des gewünschten Fadens ist und die Säuremenge in einer bestimmten Menge Bad, wobei man die halbe Gewichtsmenge Ammoniumsulfat als Schwefelsäure rechnet, nicht unter ein bestimmtes Mindestmaß fallen darf, welches für einen beliebigen Denier experimentell festgelegt ist.

520. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Feinspinnverfahren zur Herstellung feinstfädiger, hochglänzender Viskoseseide.

Schweiz. P. 94 414; brit. P. 170 874 vom 30. IV. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 374 718, 1 422 412; dän. P. 31 232.

Man kann feinste, hochglänzende Fädchen von 6 Deniers abwärts aus Viskose herstellen, wenn man 1. für jede beliebige erwünschte Fadennummer der genannten Feinheitsgrade einheitlich eine sonst nur für gröbere Fäden von 8—12 Deniers gebräuchliche Spinnöffnung mittlerer Weite von etwa 0,10 mm Durchmesser benutzt, wenn man gleichzeitig 2. den Viskoseausfluß, unter Berücksichtigung der Abzugsgeschwindigkeit und der Zahl der Düsenöffnungen, der gewünschten Fadennummer entsprechend regelt, und wenn man dabei 3. erwärmte, hochkonzentrierte Bisulfitbäder als Fällbäder benutzt, deren Konzentration um so höher ist, je feiner die Fäden sind, die gesponnen werden sollen. Es tritt nämlich bei Bisulfitbädern erst bei verhältnismäßig hoher Konzentration eine genügende Koagulationskraft für feinste Fädchen auf. Es kann z. B. bei einer Konzentration von 310 g Natriumbisulfit im Liter eben

¹⁾ Siehe S. 459.

noch ein Faden von 7,5 Deniers gesponnen werden, für feinere Fädchen, z. B. solche von 2 Deniers, genügt aber diese Konzentration schon nicht mehr. Für Fädchen von 2 Deniers braucht man wenigstens 360 g Natriumbisulfit im Liter. Für noch feinere Fädchen von $1\frac{1}{2}$ –1 Denier reicht das Lösungsvermögen des Natriumbisulfits im Wasser schon nicht mehr aus, um die für das Spinnen so feiner Fädchen notwendige hohe Konzentration des Spinnbades herzustellen, selbst bei Zusatz von wäßrigem Formaldehyd und festem Natriumbisulfit. Für diese allerfeinsten Fädchen muß man schon das leichter als Natriumbisulfit lösliche Ammoniumbisulfit in Form seines festen Salzes im Überschuß in die Lösung geben und die so bereiteten Spinnbäder mit erhöhter Temperatur anwenden, um die nötige Koagulationskraft herauszubekommen. Man verwendet zweckmäßig Viskose von 8,5° Reife (Chlorammoniumgrade) und arbeitet etwa mit 40 m Abzugsgeschwindigkeit und mit etwa 400 mm sog. Spinnstrecke. Die beschriebenen Bäder können außer den Bisulfiten die an sich für das Spinnen grober Fäden bekannten üblichen Zusätze enthalten. Etwa noch nötig werdende nachträgliche Fixierung der Fädchen wird mit den bekannten Salzen oder auch mit verdünnten Säuren vorgenommen.

Patentspruch: Feinspinnverfahren zur Herstellung feinstfädiger, hochglänzender Viskoseseide, dadurch gekennzeichnet, daß für jede beliebige erwünschte Fadennummer einheitlich sonst nur für gröbere Fäden von 8–12 Deniers gebräuchliche Spinnöffnungen mittlerer Weite von etwa 0,10 mm Durchmesser benutzt, der Viskoseausfluß unter Berücksichtigung der Abzugsgeschwindigkeit und der Zahl der Düsenöffnungen der gewünschten Fadennummer entsprechend geregelt und gleichzeitig hochkonzentrierte Bisulfitlösungen als Spinnbäder benutzt werden, deren Konzentration um so höher ist, je feiner die Fädchen sind, die gesponnen werden sollen.

521. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Spinnbad für Rohviskose.

Schweiz. P. 94 415; brit. P. 170 029 vom 7. V. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 387 882; österr. P. 88 652; niederl. P. 8511 vom 7. V. 1920.

Das Spinnbad für Rohviskose ist gekennzeichnet durch einen Gehalt an freier Schwefelsäure und an freier aromatischer Sulfosäure. Das Bad kann z. B. aus einer wäßrigen Lösung von benzolsulfosaurem Natrium und Schwefelsäure hergestellt sein, aber es kann billiger auch durch Lösen des bekannten Sulfurierungsgemisches des Benzols (Beilstein, III. Auflage, 1896, Bd. 2, S. 112, Monobenzolsulfosäure) oder dessen Homologen in Wasser dargestellt werden. Es wurde beobachtet, daß bei Benutzung eines solchen Spinnbades reifere Viskose eine etwas festere, aber etwas weniger dehnbare Seide ergibt, während frischere Viskose einen etwas weniger festen, aber darum um so elastischeren Faden ergibt. Man ist daher mit Hilfe des Bades und durch Abänderung des Reifegrades der Viskose in der Lage, die für die Weberei so wichtige Dehnbarkeit der Fäden nach Wunsch zu gestalten.

Beispiel 1: Das Spinnbad ist durch Lösung von 100 g benzolsulfosaurem Natrium und mindestens 120 g Schwefelsäuremonohydrat in

einem Liter Wasser hergestellt. Spinnt man in ein solches Bad bei 45° Rohviskose der üblichen Zusammensetzung durch die üblichen Düsen von 0,10 mm und wendet man eine Abzugsgeschwindigkeit von 45 m per Minute an, so lassen sich Fäden von 7 Deniers gewinnen. Man erhält bei Reifen von 6° (Chemiker-Zeitung Bd. 39. 1915 S. 119) bis zu Reifen von etwa 9° anstandslos schöne, weiche, füllige, hochglänzende Fäden von guter Festigkeit und Dehnbarkeit. Bei junger Viskose von beispielsweise 12° Reife wird kein hochglänzender, sondern nur ein matterer Faden erhalten, also immerhin nicht das glanzlose, wollartige Produkt, das sonst wohl bei Verwendung von reiner Schwefelsäure gelegentlich erhalten wird, wenn der Reifegrad der Viskose und der Säuregrad des Bades nicht ins richtige Verhältnis gebracht werden.

Beispiel 2. Das Spinnbad ist durch Lösung von 200 g benzol-sulfosaurem Natrium und mindestens 120 g Schwefelsäuremonohydrat in einem Liter Wasser hergestellt. Werden die Spinnbedingungen wie bei Beispiel 1 innegehalten, so erhält man gleichmäßig bei Reifen von 6—12° vorzügliche, weiche, füllige, glänzende Fäden.

Patentanspruch: Spinnbad für Rohviskose, gekennzeichnet durch einen Gehalt an freier Schwefelsäure und an freier aromatischer Sulfosäure.

522. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Fällbad für Viskoselösungen. Schweiz. P. 94 416; brit. P. 170 313; franz. P. 515 332 vom 10. V. 1920; österr. P. 95 766.

Die neuerliche Massenfabrikation von sog. Stapelfaser als Ersatz für natürliche Spinnfaser zwang nach einem neuen, billigeren, brauchbaren Fällbad für Viskoselösungen zu suchen, da das sonst meist verwendete Bisulfat mit Aufhören der Salpetersäurefabrikation aus Salpeter sich nicht mehr als Abfallprodukt ergibt und sich darum teurer stellt.

Es hat sich nun ergeben, daß man recht wohlfeile und wirksame Bäder aus mindestens einem der in den bekannten Staßfurter Abraumsalzen enthaltenen Salze und Schwefelsäure herstellen kann. Das Bad kann z. B. Kochsalz und Abraumsalz, das im wesentlichen aus einem Gemenge von Steinsalz, Glaubersalz und Magnesiumchlorid besteht, und freie Schwefelsäure enthalten. Diese Bäder enthalten natürlicherweise neben der Schwefelsäure auch in Freiheit gesetzte Salzsäure und die angewendeten Salze nebeneinander in einem von der Temperatur abhängigen Gleichgewichtszustande. Die in den folgenden Beispielen beschriebenen Spinnbäder ergeben feste, weiche und glänzende, gleichmäßig sich anfärbende Fäden, Bänder u. dgl., sogar bei gewöhnlicher oder nur wenig erhöhter Temperatur, z. B. bei 30°. Dabei entweicht kein Salzsäuregas aus dem Bade; die Apparate können also durch Salzsäuredämpfe nicht angegriffen werden.

Beispiel 1. Spinnbad, bestehend aus 200 g Kochsalz und 120 g Schwefelsäure (Monohydrat), mit Wasser auf 1 Liter aufgefüllt.

Beispiel 2. Spinnbad, bestehend aus 400 g Staßfurter Abraumsalzen, enthaltend ungefähr 70% Kochsalz, 20% Magnesiumchlorid,

einige wenige Procente Kaliumsulfat und 120 g Schwefelsäure (Monohydrat), mit Wasser auf 1 l aufgefüllt.

Patentanspruch: Fällbad für Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß es aus mindestens einem der in den Staßfurter Abraum-salzen vorkommenden Salze und Schwefelsäure hergestellt ist.

523. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Spinnbad für Viskose.

Schweiz. P. 94 418; brit. P. 170 322 vom 21. V. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 376 672; franz. P. 515 858; niederl. P. 8930.

Es ist bekannt, daß Rohviskose in verdünnter Schwefelsäure zu glänzenden Fäden gesponnen werden kann. Dabei hat man aber die Erfahrung gemacht, daß man nur dann zu guten Spinnergebnissen gelangt, wenn man dem Reifegrad der Viskose durch peinlich gewissenhafte Wahl der Spinnbadkonzentrationen und der Spinnbadtemperatur Rechnung trägt. Bei den vielen Fährlichkeiten des praktischen Spinnens ist es aber wünschenswert, sich von der Viskosereife so viel als möglich unabhängig zu machen.

Überraschenderweise hat sich nun gezeigt, daß man den Reifegrad der Viskose weit weniger zu berücksichtigen braucht, wenn man der Schwefelsäure gewisse Mengen von Oxykarbonsäuren zusetzt, insbesondere Gärungsmilchsäure. Das den Gegenstand der Erfindung bildende Bad besteht demnach aus verdünnter Schwefelsäure und Oxykarbonsäure. Die Wirkung desselben ist aus folgendem Versuch ersichtlich: In ein 45° warmes Bad, das 135 g Schwefelsäure und 50 g Milchsäure auf 1 l enthält, wird die übliche, etwa 8% ige, verhältnismäßig junge Viskose von etwa 9° Reife (Chlorammonium) durch Düsen von etwa 0,10 mm Durchmesser eingesponnen. Die dem Bad mit etwa 45 m Geschwindigkeit entsteigenden Fäden von etwa 7 Deniers werden sofort gewaschen und in üblicher Weise weiterbehandelt. Man bemerkt sofort, daß sich das Spinnen mit ausgesuchter Vollkommenheit vollzieht. Die erzielten Fäden haben grob gezähnelten, mehr oder weniger bohnenförmigen Querschnitt, wie man sie sonst bei stark salzhaltigen Bädern erzielt. Die Weichheit und der Glanz des Produktes sind hervorragend, so daß es den besten Fabrikaten aus Säurebädern, die viel Salz enthalten, gleichkommt, ja diese übertrifft. Eine ähnliche Wirkung erzielt man schon, wenn man unter sonst gleichen Verhältnissen nur 10 g Milchsäure dem Bade zusetzt. Die Dehnbarkeit der Fäden steigt mit zunehmendem Milchsäuregehalt des Bades. Verwendet man jedoch reine Schwefelsäurebäder ohne Milchsäurezusatz, so erhält man meist nur magere Fäden von pflastersteinartigem Querschnitt, die leicht brechen. Es empfiehlt sich, die Menge Milchsäure um so größer zu nehmen, je jüngere Viskose man verwenden will; dennoch genügen schon recht geringe Mengen Milchsäure, und wenn man etwa die für Sulfatbäder üblichen Mengen Sulfat zum Vergleiche heranzieht, zeigt es sich, daß schon 50 g Milchsäure genügen, um 400 g Sulfat oder mehr zu ersetzen.

Der Milchsäurezusatz empfiehlt sich ganz besonders für die Herstellung sehr feiner Fädchen nach dem Feinspinnverfahren, bei dem unter

anderen Maßnahmen die Schwefelsäure um so konzentrierter gewählt werden muß, als feinere Fäden gesponnen werden sollen. Das Feinspinnen spielt sich in diesen Bädern außerordentlich gut ab und ergibt ein sehr schönes, flusenfreies Fabrikat. Die Reibung der Fädchen an den Spinnbadteilchen ist anscheinend auf ein Mindestmaß heruntersgesetzt. Das sich bildende Natriumsulfat schadet in keiner Weise und kristallisiert bei Anwesenheit von Milchsäure auch nicht auf den Fäden aus.

Patentanspruch: Spinnbad für Viskosen jedes Reifegrades, bestehend aus verdünnter Schwefelsäure und Oxykarbonsäure.

524. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Spinnbad für Viskosefädchen. Schweiz. P. 94 419; brit. P. 172 038 vom 28. V. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 426 953; canad. P. 227 876.

In dem schweiz. P. 87 535¹⁾ ist ein Feinspinnverfahren beschrieben, nach dem feinste Fädchen aus Viskose von 6 Deniers abwärts gesponnen werden können. Es hatte sich bei der Anwendung dieses Verfahrens als notwendig erwiesen, die Mindestsäurekonzentration der in den Spinnbädern verwendeten Schwefelsäure in gesetzmäßiger Weise um so mehr zu steigern, je feinere Fädchen gesponnen werden sollten. Es sind also für sehr feine Fädchen sehr hohe Säurekonzentrationen erforderlich. Bei sehr hoher Säurekonzentration entsteht aber leicht ein matter und weniger weicher, mehr pergamentisierter Faden.

Es hat sich nun gezeigt, daß man diesem Übelstande begegnen kann, wenn man dem Spinnbade außer der Schwefelsäure noch Glykose oder andere mehrwertige Alkohole hinzusetzt. Gegenstand der Erfindung ist daher ein Spinnbad für Viskosefädchen von 6 Deniers abwärts, bestehend aus warmer, in gesetzmäßiger Weise auf die gewünschte Fadenfeinheit eingestellter Schwefelsäure mit einem Zusatz von mehrwertigen Alkoholen. Bei Anwendung von Spinnbädern mit Zusatz an mehrwertigen Alkoholen hat man größere Freiheit in der Wahl der Spinnbadtemperatur und ist auch von dem Reifegrad der Viskose viel weniger abhängig, derart, daß man den Reifegrad von 6–12 sog. Chlorammoniumgraden schwanken lassen kann. Es ist nicht erforderlich, sehr große Mengen von Glykose oder anderen mehrwertigen Alkoholen dem Spinnbade hinzuzusetzen. Es genügen schon Mengen von etwa 100 g im Liter. Der Schwefelsäuregrad der Bäder richtet sich, wie im schweiz. P. 87 535 angegeben, in gesetzmäßiger Weise nach dem zu spinnenden Fadentiter. In bezug auf Düsenweite, Spinnbadtemperatur und Länge, Abzugsgeschwindigkeit und Reifegrad der Viskose gelten ebenfalls die Vorschriften dieses Patentes.

Patentanspruch: Spinnbad für Viskosefädchen von 6 Deniers abwärts, bestehend aus warmer, in gesetzmäßiger Weise auf die gewünschte Fadenfeinheit eingestellter Schwefelsäure mit einem Zusatz von mehrwertigen Alkoholen.

¹⁾ Siehe S. 458.

525. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Streckspinnverfahren zur Herstellung feinfädiger Viskoseseide unter Verwendung von konzentrierter Viskose.

Schweiz. P. 94 420 vom 2. VIII. 1920; brit. P. 174 960; Ver. St. Amer. P. 1 464 805 vom 14. VIII. 1923, angem. 13. IX. 1920.

Das Streckspinnen wäßriger Kupferoxydammoniakzelluloselösung ist in der Weise geübt worden, daß man möglichst konsistente Zelluloselösungen aus verhältnismäßig weiten Düsenöffnungen unter nur geringem Druck ausfließen und durch ruhende sog. Streckmedien herunterfallen ließ, wobei diese letzteren den entstandenen Fäden das Lösungsmittel entzogen und so die Koagulation verursachten.

Es hat sich nun gezeigt, daß man die für die Herstellung von Kupferseide nach dem Streckspinnverfahren benutzte Apparatur auch für das Streckspinnen von Viskose benutzen kann, wenn man ein geeignetes Streckmedium für die Viskose verwendet. Das Verfahren beruht darauf, daß man als Streckmedium eine Lösung von 0,5–1% von Benzolsulfosäure neben etwas Ammonsalz, Milchsäure und Zucker benutzt. Letztere Körper dürften wesentlich aussalzend wirken, zugleich aber das Ätznatron aufnehmen. Das Ammonsalz und die Benzolsulfosäure wirken als Festigungsmittel der Außenhaut. Zweckmäßig enthält die Lösung neben 0,5–1% Benzolsulfosäure 5% Ammonsulfat, 2–3% Milchsäure und 5–10% Glukose oder Rohrzucker. Das Spinnen geht wie folgt vor sich. Die Viskose, die zweckmäßig von hoher Konsistenz und tunlichst hoher Konzentration ist, tritt durch verhältnismäßig große Öffnungen, von z. B. 0,7–1 mm Durchmesser in das die Düse umgebende Streckmedium von oben ein und fällt in diesem in bekannter Weise herunter, streckt sich dabei und wird am Ausgang des Spinntrichters von einer Spule, einem Haspel od. dgl. aufgenommen. Die Streckung wird unterstützt durch die geringe Strömung des Streckmediums, die sich durch den Austritt des Fadens aus dem Spinntrichter einstellt. Im Spinnbad vermag die geringe Konzentration an freier Säure den Viskosestrahl vorerst nicht zu zersetzen. Die aussalzende Wirkung der beschriebenen anderen Zusätze verhindert aber das Zerfließen. Der weiche Zellulosexanthogenatfaden sinkt unter dem eigenen Gewicht im Bade rasch abwärts, was noch durch die Abwicklungsvorrichtung und die durch den Austritt des Fadens aus dem Fülltrichter bewirkte Füllbadströmung unterstützt wird, wobei der dicke Faden zu einem feinen Faden ausgestreckt wird, die zersetzende freie Säure aber erst allmählich zur Wirkung kommt. Die unten aus dem Füllgefäß austretenden Fäden werden nachträglich außerhalb des Streckmediums nur durch schwache Säure fixiert.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung feinfädiger Viskoseseide aus Viskose unter Benutzung der für das Streckspinnen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen bekannten Apparatur, dadurch gekennzeichnet, daß als Streckmedium eine Lösung von 0,5–1% Benzolsulfosäure neben Milchsäure, Zucker und Ammonsalz benutzt wird.

526. E. Bronnert, Verfahren zur Herstellung sehr feiner Viskoseseidefäden mit Hilfe verhältnismäßig großer Mundstücke und konsistenter Viskose.

Franz. P. 521 685 vom 2. VIII. 1920; österr. P. 90 035.

Als Koagulationsflüssigkeit dient eine angesäuerte Salzlösung von solcher Dichte, daß die dicken, aus den verhältnismäßig großen Mundstücken der Spinnmaschine austretenden Fäden nicht darin schwimmen, sondern durch die Flüssigkeit hindurchsinken. Am Ausgang des Apparates werden die Fäden erfaßt und aufgerollt.

527. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Verfahren zur Herstellung von Viskosefäden jeder Feinheit aus Rohviskose.

Schweiz. P. 94 421; brit. P. 174 961; franz. P. 521 997 vom 6. VIII. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 393 199; österr. P. 90 036; dän. P. 31 853.

In dem schweiz. P. 87 535 ¹⁾ des Erfinders ist die Herstellung feinsten Fäden aus Rohviskoselösung in salz- und säurehaltigen Fällbädern beschrieben, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man die Konzentration der Säure um so höher wählt, je mehr der Grad der Feinheit der Fäden gesteigert werden soll.

Es hat sich nun herausgestellt, daß die Steigerung des Konzentrationsgrades der Säure mit zunehmender Fadenfeinheit nur dann in dem dort angegebenen Maße erfolgen muß, wenn man stets die gleiche Düsenweite benutzt. Wenn eine Viskose von abnormer Konsistenz, z. B. eine sehr schwerflüssige Viskose, zu verarbeiten ist, so wird man die Düsenlochweite dem Viskositätsgrad der Viskose durch Wahl einer etwas weiteren Düsenöffnung als 0,10 mm Durchmesser, z. B. 0,12 oder 0,15 mm, anzupassen suchen. Eine Änderung der Düsenlochweite bedingt nun aber laut Erfindung eine Korrektur der für einen bestimmten Fadentiter und eine bestimmte Düsenlochweite, nämlich von 0,10 mm, bekannten notwendigen Mindestsäurekonzentration des Spinnbades in dem Sinne, daß die Mindestkonzentration mit der Vergrößerung des Düsenlochs wächst und mit der Verkleinerung fällt. Das Verfahren, nach welchem Fäden jeder Feinheit aus Rohviskose jeder Art hergestellt werden können, ist demnach dadurch gekennzeichnet, daß bei Verwendung anderer als der normalen Düsenöffnungen von 0,10 mm Durchmesser säurehaltige Fällbäder benutzt werden, deren Mindestsäurekonzentration bei bestimmtem Fadentiter sich zu jener bei 0,10 mm weitem Düsenloch notwendigen und hinreichenden Konzentration verhält, wie die bezüglichen Querschnitte der Düsenlöcher.

Beispiel. Eine Viskose von 100 Viskositätseinheiten wurde aus Düsen von 0,10 mm versponnen in einem warmen Schwefelsäurebad von einer bestimmten Mindestsäurekonzentration. Eine zweite Viskose wurde versponnen, die einen 1,5—3 mal höheren Viskositätsgrad besaß als die erste Viskose. Für diese Viskose mußte eine Düsenweite von 0,15 mm benutzt werden. Aus der folgenden Tabelle ist nun ersichtlich, welche Mindestsäurekonzentration man zur Erzielung der Fäden von 7,4 und 2 Deniers verwenden müßte, wenn man für die erste Viskose

¹⁾ Siehe S. 458.

eine Düsenweite von 0,10 mm (vgl. die zweite Horizontalreihe der Tabelle) und für die zweite Viskose eine Düsenweite von 0,15 mm benutzte (4. Horizontalreihe der Tabelle). Die Tabelle zeigt ferner, welche Säurekonzentration man für eine Viskose noch geringeren Viskositätsgrades als der ersten Viskose, versponnen mit einer Düsenweite von 0,08 mm, verwenden müßte, und welche Konzentration der Säure notwendig wäre für eine Viskose von einer Konsistenz, die zwischen der ersten und zweiten Viskose läge, und welche daher mit einer Düsenweite von 0,13 mm Durchmesser versponnen werden müßte (3. Horizontalreihe). Die Feinheitsgrade der Fäden sind aus den Vertikalreihen zu ersehen.

Tabelle:

Durchmesser der Öffnungen	Bei 7 Deniers gr H ₂ SO ₄ im Liter	Bei 4 Deniers ¹ gr H ₂ SO ₄ im Liter	Bei 2 Deniers gr H ₂ SO ₄ im Liter
0,08	80	105	150
0,10	125	165	235
0,13	210	280	390
0,15	280	370	520

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Viskosefäden jeder Feinheit aus Rohviskose, dadurch gekennzeichnet, daß bei Verwendung anderer als der normalen Düsenöffnungen von 0,1 mm Weite, säurehaltige Fällbäder benutzt werden, deren Mindestsäurekonzentration bei bestimmtem Fadentiter sich zu jener bei 0,1 mm weitem Düsenloch notwendigen und hinreichenden bekannten Konzentration verhält wie die bezüglichen Querschnitte der Düsenlöcher.

528. E. Bronnert, Niedermorschweiler b. Mülhausen i. E. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus roher Viskose mittels warmer Mineralsäuren.

Ver. St. Amer. P. 1 414 070, angem. 8. I. 1914, ert. 25. IV. 1922.

Die rohe Viskose wird aus geeigneten Öffnungen in ein Fällbad aus verdünnter Mineralsäure von etwa 25–50 °C gespritzt. Je älter die Viskose ist, desto stärkere und wärmere Säure verwendet man. Die gebildeten Fäden können auf geeignete Spulen aufgewickelt werden.

529. E. Bronnert. Verfahren zur Herstellung sehr glänzender und sehr feinfädiger Viskoseseide.

Franz. P. 514 774 vom 30. IV. 1920.

Für die Herstellung von Viskoseseide hat man bereits Fällbäder angewendet, die Aldehydbisulfite, ihre Reduktionsprodukte, Ketonbisulfite und die Kondensationsprodukte aus Phenolen oder Naphtholen einerseits und Aldehyden und Sulfiten andererseits enthalten¹⁾. Die Bäder wurden aber nur für die bisher bekannten Fäden von 7–8 Denier benutzt. Das ergibt sich daraus, daß man die neuerdings bekannt gewordenen Bedingungen, unter denen man Fäden jeder Feinheit aus

¹⁾ Siehe S. 492.

den üblichen Spinnöffnungen von 0,10 mm Durchmesser spinnen kann, wenn man die Viskosezufuhr der Fadenzahl und dem Titer anpaßt und die Konzentration des Bades berücksichtigt, nicht beachtet hat. In dem älteren Verfahren ist auch empfohlen, die Bäder nach Bedarf zu verdünnen, während man, je feinere Fäden man aus größeren herstellen will, desto mehr die Bisulfitlösung konzentrieren muß. Die Verhältnisse liegen aber anders als bei Schwefelsäurespinnbädern. Bei ihnen muß die Säurekonzentration umgekehrt proportional den Quadratwurzeln aus den Denierzahlen der Fäden sein. Bei Bisulfitfällbädern hingegen zeigt sich eine genügende fallende Wirkung nur bei verhältnismäßig hohen Konzentrationen, sie wächst dann aber rasch. Man kann einen Faden von 7,5 Denier mit einer Lösung von 310 g Natriumbisulfit im Liter spinnen, aber nicht einen Faden von 2 Denier. Für Fäden von 2 Denier ist eine Konzentration von 360 g im Liter erforderlich. Für die Herstellung von Fäden von 1 Denier genügt auch diese Konzentration nicht, hierfür muß man das leichter lösliche Ammoniumbisulfit nehmen und das auf höhere Temperatur erwärmte Bad durch Zusatz festen Salzes auf geeigneter Konzentration halten. Bei geringeren Konzentrationen und besonders dickeren Fäden ist der aus dem Fällbad kommende Faden braun und wasserlöslich. Bei stärkeren Konzentrationen und feineren Fäden werden diese mehr und mehr opalisierend, ein Zeichen beginnender Zersetzung. Man verwendet vorzugsweise eine Viskose von 8,5 Chlorammoniumgraden, eine Spinnstrecke von 40 mm und eine Aufwickelgeschwindigkeit von 40 m in der Minute. Falls Fixieren der Fäden erforderlich ist, geschieht es mit sauren Salzen, deren Stärke 5% freier Säure entspricht, oder mit Säure derselben Konzentration.

530. Dr. E. Bronnert, Mülhausen. Feinspinnverfahren zur Herstellung von Viskosekunstseidefädchen.

Schweiz. P. 94 836; brit. P. 171 125; franz. P. 515 491 vom 14. V. 1920; niederl. P. 8953.

Das schweiz. P. 94 414 betrifft¹⁾ ein Feinspinnverfahren zur Herstellung feinfädiger, hochglänzender Viskoseseide, das dadurch gekennzeichnet ist, daß für jede beliebige erwünschte Fadennummer einheitliche, sonst nur für gröbere Fäden von 8—12 Deniers gebräuchliche Spinnöffnungen mittlerer Weite von etwa 0,10 mm Durchmesser benutzt, der Viskoseausfluß unter Berücksichtigung der Abzugsgeschwindigkeit und der Zahl der Düsenöffnungen der gewünschten Fadennummer entsprechend geregelt und gleichzeitig hochkonzentrierte Bisulfitlösungen als Spinnbäder benutzt werden, deren Konzentration um so höher ist, je feiner die Fädchen sind, die gesponnen werden sollen, und die für solche Bäder üblichen Zusätze enthalten können, insbesondere auch wasserlösliche Kondensationsprodukte von Phenolen mit Aldehyden.

Es hat sich nun gezeigt, daß es bei diesem Feinspinnverfahren vorteilhaft ist, die wasserlöslichen Kondensationsprodukte von Phenolen und

¹⁾ Siehe S. 462.

Aldehyden der Viskose selbst zuzugeben, anstatt sie dem Bisulfitspinnbad zuzusetzen. Dies geschieht am zweckmäßigsten vor dem Reifen. Das so erhaltene, passend gereifte Gemisch wird in die genannten Bisulfitbäder eingespritzt.

Beispiel. 10 kg Kunstharz aus Phenol und Formaldehyd werden in etwa 3,6 kg Ätznatron und 43 kg Wasser gelöst, diese Lösung wird dann 1000 kg frisch bereiteter Viskose zugefügt. Die homogene Mischung wird der üblichen Reife überlassen und kann in üblicher Weise zu Fäden verarbeitet werden, unter Benutzung von warmen, konzentrierten Natrium- oder Ammoniumbisulfitbädern. Die Produkte färben sich mit den gleichen Farbstoffen dunkler als solche aus Rohviskose ohne Zusatz, indem die verbliebenen Reste der durch Säure ausgefällten Produkte möglicherweise als Beize wirken. Auch die Wasserfestigkeit ist etwas höher als bei aus Viskose ohne die genannten Zusätze gesponnenen Viskosefäden.

Patentspruch: Feinspinnverfahren zur Herstellung von Viskose-seide, dadurch gekennzeichnet, daß der Viskose wasserlösliche Kondensationsprodukte aus Phenolen und Aldehyden zugesetzt werden, bevor sie in Bisulfitbäder eingespritzt wird.

531. E. Bronnert, Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Viskose mittels saurer Spinnbäder.

Franz. P. 542 098 vom 8. X. 1921.

Es wurde gefunden, daß das Quadratwurzengesetz, welches die Mindestacidität für einen bestimmten Titer zu berechnen ermöglicht, indem man von der Mindestacidität ausgeht, die für einen anderen Titer, aber dieselbe Viskose sich als notwendig herausgestellt hat, eine bestimmte Abänderung erfahren muß, um auch dann befriedigende Ergebnisse zu erzielen, wenn man andere Spinnöffnungen als die gewöhnlichen von 0,10 mm verwenden will oder muß. Unabhängig von der bekannten Tatsache, daß man nicht nur den Gehalt der Bäder an freier Schwefelsäure berücksichtigen muß, sondern auch einen etwaigen Zusatz von Ammoniaksalz oder schwefliger Säure oder einer anderen Säure, wurde festgestellt, daß die Gesamtacidität als absolute Zahl um so höher sein muß, je weitere Spinnöffnungen man benutzt, und um so geringer, je feinere Öffnungen als die üblichen von 0,10 mm man verwenden will. Jedenfalls bleibt die relative Acidität der für die verschiedenen Fadentiter notwendigen Bäder auch in diesen Fällen denselben Regeln unterworfen. Verwendet man also für die gleiche Fadenstärke eine engere Spinnöffnung als gewöhnlich, so genügt eine geringere Konzentration. Durch diese Maßnahme wird die bei feinen Fäden besonders gefährliche Pergamentierung der Fäden vermieden.

Beispiel. 1. Fäden von 2 Deniers lassen sich mit den üblichen Spinnöffnungen von 0,10 mm mit einem Bade aus 270 g Schwefelsäure und 350 g Natriumsulfat im Liter sowie einer Viskose mit 8% Zellulose, 7–8% Ätznatron, einer Viskosität von 10–15 Sekunden und einer Reife von etwa 10° Chlorammonium bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 45 Metern, einer Badtemperatur von etwa 40° C und einer genügend

langen Spinnstrecke ausgezeichnet spinnen. Beträgt der Durchmesser der Spinnöffnungen nur 0,08 mm, so genügt ein Säuregehalt von 180 g Schwefelsäure neben 350 g Natriumsulfat im Liter. Haben die Spinnöffnungen einen Durchmesser von nur 0,05 mm, so läßt sich mit 130 g Schwefelsäure und 350 g Natriumsulfat im Liter gut spinnen.

Beispiel 2. Fäden von 3 Deniers lassen sich mit Spinnöffnungen von 0,10 mm Durchmesser und einem Bade aus 100 g Schwefelsäure, 200 g Ammoniumsulfat und 300 g Natriumsulfat gut spinnen. Will man denselben Titer mit Öffnungen von 0,12 mm Durchmesser erhalten, so muß die Fällkraft 50% stärker sein; man braucht ein Bad aus 150 g Schwefelsäure, 300 g Ammoniumsulfat und 300 g Natriumsulfat im Liter. Da sich die Fällkraft von Ammoniumsulfat zu der von Schwefelsäure wie 1 : 2 verhält, so gibt ein Bad mit mindestens 200 g Schwefelsäure, 200 g Ammoniumsulfat und 300 g Natriumsulfat im Liter dasselbe Ergebnis. Soll derselbe Titer von 3 Deniers mit Öffnungen von 0,08 mm Durchmesser gesponnen werden, so genügt ein Bad mit mindestens 70 g Schwefelsäure, 140 g Ammoniumsulfat und 300 g Natriumsulfat oder mit 100 g Schwefelsäure, 80–100 g Ammoniumsulfat und 300 g Natriumsulfat oder mit 50 g Schwefelsäure, 180–200 g Ammoniumsulfat und 300 g Natriumsulfat im Liter.

Für Viskose anderer Viskosität, anderer Zusammensetzung oder anderer Reife, oder für Viskose, die mit Glykose, Abbauprodukten der Zellulose oder Sulfiten, Sulfaten oder mit mehr als der üblichen Menge Alkali oder mit flüchtigem Alkali usw. versetzt ist, muß für jeden Fall für einen bestimmten Titer die Mindestkonzentration berechnet werden. Diese Konzentration dient als Basis zur Bestimmung der Konzentration des für einen anderen Titer notwendigen Bades, bei derselben Abzugsgeschwindigkeit, Schleplänge und u. U. auch Temperatur.

532. E. Bronnert, Mülhausen. Herstellung von Viskoseseide.

Ver. St. Amer. P. 1 471 513 vom 23. X. 1923, angem. 8. VII. 1920.

Zur Herstellung von Kunstseidefäden von 6–2 Denier läßt man Viskose durch die üblichen Düsen von 0,10 mm Durchmesser in ein saures Fällbad austreten, welches die Fäden zu der gewünschten Feinheit ausziehen gestattet und aus einer Alkali-, Erdalkali- oder Metallsulfat- oder -bisulfatlösung besteht und soviel Schwefelsäure enthält, daß eine Lösung mit 20% Schwefelsäure vorliegt.

533. E. Bronnert, Verfahren zur Herstellung sehr feiner, nicht verklebter Fäden von Viskoseseide.

Franz. P. 542 032 vom 6. X. 1921.

Um bei der Verwendung starker Fällbäder das Verkleben der Einzeläden zu verhindern, setzt man dem normalen Spinnbad schweflige Säure, vorzugsweise in Form von Bisulfit, zu und erzielt dadurch auf den Fäden eine Hülle von Schwefel. Man kann auch der Viskose bei ihrer Herstellung neutrales Natrium- oder Ammoniumsulfid zusetzen.

534. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Künstliche Seide, Viskose.

Brit. P. 192 214 vom 14. XI. 1921; Ver. St. Amer. P. 1 463 793 vom 7. VIII. 1923, angem. 25. VIII. 1921; canad. P. 236 819 vom 27. III. 1922; franz. P. 543 555; schweiz. P. 98 760.

Um nach dem Streckspinnverfahren des brit. P. 166 931¹⁾ sehr feine, hochglänzende und nicht verklebende Fäden zu erzeugen und nicht an eine bestimmte Reife der Viskose gebunden zu sein, wird zu dem stark sauren Fällbad eine Lösung von Zellulose, gefällten Abfällen von Zellulose oder konzentrierten Sulfitzelluloseablaugen in 80% iger Schwefelsäure zugesetzt. Die Lösung wird ohne Erhitzen hergestellt, sie wird auf die gewünschte Säurekonzentration verdünnt.

535. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Herstellung von Fäden beliebiger Dicke aus Viskose.

Ver. St. Amer. P. 1 509 338 vom 23. IX. 1924, angem. 17. XI. 1921.

Das Verfahren besteht darin, daß man rohe Viskose durch geeignete Öffnungen in ein Bad aus Schwefelsäure treten läßt, deren Stärke proportional der Feinheit der Fäden und der Zunahme der Weite der Spinnöffnungen erhöht wird. Ein Teil der Schwefelsäure wird durch das doppelte Gewicht Ammoniumsulfat ersetzt.

Nach Société Pinel frères.

536. Société Pinel frères. Koagulierungsbad für künstliche Seide.

Franz. P. 400 577.

Die bei der Fällung von Fäden aus Viskose bisher benutzten Lösungen neutraler oder angesäuerter Mineralsalze haben den Nachteil, leicht zu kristallisieren. Dies wird vermieden, wenn organische, nicht kristallisierende Stoffe verwendet werden, besonders Glykose. Das Fällbad kann z. B. bestehen aus Glykose 30 g, Schwefelsäure 66° 15 g, Wasser 55 g. Die Zusammensetzung des Bades kann in weiten Grenzen schwanken.

Nach Waite.

537. Ch. N. Waite. Herstellung von Fäden und Filmen aus Viskose.

Ver. St. Amer. P. 816 404.

Als Fällmittel für Viskoselösungen dient gesättigte Natriumbisulfitlösung mit 11–12,5% wirksamer schwefliger Säure, der 10 Gewichtsprozent einer gesättigten Lösung von Ammoniumsulfat oder Kochsalz zugesetzt sind. Das Natronhydrat der Viskose wird neutralisiert, und der Schwefel wird in Hyposulfit übergeführt.

538. Ch. N. Waite. Herstellung von Fäden und Filmen aus Viskose.

Ver. St. Amer. P. 849 823.

Das im Ver. St. Amer. P. 816 404 (s. vorstehend) angegebene Bad wird bei etwa 60° C angewendet, und danach werden die Fäden unter

¹⁾ Siehe S. 459.

Spannung und in Gegenwart der noch in ihnen vorhandenen schwefeligen Säure gedämpft. Je nach der Dicke der Fäden dauert das Dämpfen 1—2 Stunden. Danach wird gewaschen und getrocknet. Das Verfahren ist besonders wertvoll bei sehr feinen Fäden, die zu mehreren zusammengeponnen werden und ohne Neutralisieren des in der Viskose enthaltenen Ätznatrons leicht zusammenkleben.

Nach Chavassieu.

539. H. L. J. Chavassieu, Lyon. Verfahren zur Herstellung von Gegenständen aus Zellulose und Eiweißstoffen.

Schweiz. P. 47 266; brit. P. 26 155¹⁹⁰⁸; franz. P. 395 402 mit Zus.-P. 11 354; Ver. St. Amer. P. 950 435; D.R.P. 238 843 Kl. 12 p vom 2. XII. 1908 (gelöscht).

Zur Herstellung der Gegenstände aus Zellulose und Eiweißstoffen dienen Fibrin, Kasein, Wolle, Seide, Myosin, Därme, Pflanzen- und Keratineiweiß, Haare, Horn, Haut, Leder usw. Es werden z. B. 100 kg zerkleinertes Fibrin einige Augenblicke in eine 10%ige Lösung von 10 kg Ätznatron getaucht, abgeschleudert und gepreßt. Das erhaltene Alkalifibrin wird nun zerkleinert und 30—40 Minuten der Einwirkung von 20—30 kg Schwefelkohlenstoff unterworfen. Hierbei färbt sich das Produkt gelb. Man entfernt nun den überschüssigen Schwefelkohlenstoff, z. B. mittels des Vakuums. Nach einigen Stunden löst sich die Masse in dem in ihr enthaltenen Wasser zu einer mehr oder weniger viskosen Lösung von Fibrinxanthat. Diese Lösung wird gemischt mit einer Lösung von Zellulosexanthogenat (Viskose). Man läßt nun das Gemisch durch eine Spinddüse in ein Koagulierungsbad aus neutralem Ammoniumsulfat treten, daß die Eiweißzelluloseverbindung fällt, und behandelt die erhaltenen Fäden mit verdünnter Schwefelsäure. Sie werden dann in eine 2—5%ige Chinonlösung getaucht, die ihre Festigkeit, Elastizität, Weichheit und Wasserfestigkeit erhöht und ihren Griff günstig beeinflußt. Zum Schluß werden sie gewaschen und getrocknet. Statt des Chinons kann auch Hydrochinon oder Tannin verwendet werden.

540. Nach dem

franz. Zus.-P. 12 620; Ver. St. Amer. P. 984 539; brit. P. 18 315¹⁹¹⁰

ist die aufeinanderfolgende Einwirkung von Ätzalkali und Schwefelkohlenstoff nicht unbedingt erforderlich. Sie kann z. B. bei Verwendung von Kaseinen durch die Benutzung von Alkalisulfokarbonaten ersetzt werden.

Nach Brandenberger.

541. J. E. Brandenberger, Thaon-les-Vosges. Verfahren zum Koagulieren von Viskose.

Brit. P. 24 045¹⁹¹¹; franz. P. 436 188; österr. P. 55 764.

Zum Koagulieren von Viskosen sind alle Sulfate, auch Ammoniumsulfat, die Alkaliclорide und -bisulfate, vorgeschlagen worden. Ammoniumsulfat ist zweifellos eins der besten Fällmittel, doch steht sein verhältnismäßig hoher Preis seiner allgemeinen Anwendung entgegen.

Vorliegende Erfindung bezieht sich auf das Fällen von Viskose mit löslichen Thiosulfaten, z. B. Natrium-, Kalium- oder Ammoniumthiosulfat. Die Einwirkung der Thiosulfate auf Viskose findet bei gewöhnlicher Temperatur statt, doch beschleunigt eine Temperaturerhöhung die Zersetzung. Neben der zersetzenden Wirkung wirken die Thiosulfate noch dadurch, daß sie ausgezeichnete Lösungsmittel für Alkali-polysulfide sind, welche die Viskose verunreinigen. Neben der Fällung des Xanthogenats findet also gleichzeitig eine Reinigung statt. Ein brauchbares Fällbad besteht z. B. aus 1 T. krist. Natriumthiosulfat in 1 T. Wasser bei 50°C.

542. J. E. Brandenberger. Verfahren zum Koagulieren und Regenerieren von Zellulose aus Viskoselösungen.

Franz. P. 457 633.

Das Verfahren besteht darin, daß als Koagulierungsmittel Kohlensäure verwendet und die Zellulose durch Wasserdampf regeneriert wird. Bereits ein Gas mit 5% Kohlensäure und weniger koaguliert ziemlich rasch eine Viskoseschicht; je größer der Gehalt an Kohlensäure ist, desto schneller verläuft die Koagulierung. Praktisch werden Feuergase mit 5–15% Kohlensäureanhydrid verwendet. Das Arbeitsverfahren gestaltet sich wie folgt: Handelt es sich um das Spinnen von Fäden oder die Erzeugung von Bändern, so spinnst man in eine Atmosphäre gereinigter Feuergase und dämpft danach das zunächst ausgeschiedene Xanthat. Schließlich wird nach bekannten Verfahren gewaschen. Natürlich kann man statt der Feuergase jedes Gas verwenden, das genügend Kohlensäureanhydrid enthält, z. B. natürlich vorkommende Gase, Kalkofengase, Gase aus Gäräumen usw.

Nach Lilienfeld.

543. L. Lilienfeld. Verfahren zur Herstellung von Fäden.
Franz. P. 438 448 vom 2. XI. 1911.

Zu Viskose oder zu Lösungen von Kupferoxydammoniak oder von Nitro- oder Acetylzellulose setzt man geschwefelte Körper, wie Merkap-tane, Thiole, Sulfide oder Polysulfide von Kohlenwasserstoffen, Ester oder Oxydationsprodukte der genannten Körper, wie Sulfinsäuren, Sulfonsäuren, Sulfoxyde, Sulfone usw., und verspinnt in der gewohnten Weise.

Nach Boisson.

544. A. Boisson. Verfahren zum Koagulieren von Zellulose-xanthogenatlösungen.

Franz. P. 436 590.

Bei der Herstellung künstlicher feiner Fäden aus Zellulosexanthogenat ist es bekannt, als Fällmittel Ammoniumsulfat oder Säuren zu verwenden. Man hat auch vorgeschlagen, ein Gemisch von Schwefelsäure und Bisulfat als Fällmittel bei gewöhnlicher Temperatur zu benutzen. Nach dem vorliegenden Verfahren verwendet man ein Natriumbisulfatbad ohne Säurezusatz in der Hitze. Enthält das technische Bi-

sulfat Säure, so neutralisiert man, damit das Salz der Formel SO_4NaH entspricht; es kann Natriumsulfat im Überschuß enthalten, aber niemals Schwefelsäure. Das Bad wird bei einer Temperatur von etwa 60° verwendet, es wird in einer besonderen Apparatur benutzt¹⁾. Nach diesem Bade kann ein zweites Bisulfatbad ähnlicher Zusammensetzung angewendet werden bei gewöhnlicher Temperatur, oder es wird als zweites Bad eine Säure benutzt, z. B. Salzsäure. Auch Schwefelsäure kann als zweites Bad verwendet werden.

545. Nach dem

Zusatzpatent 15 431

wird ein Bad aus irgendeinem Sulfat angewendet und danach ein Bad einer von Schwefelsäure verschiedenen Säure.

In dem weiteren

546. Zusatzpatent 16 655

wird ausgeführt, daß, wenn die Base des Sulfates durch das Natron des Xanthates ersetzt wird, dieses Sulfat das erste Bad bilden muß und die Säure das weitere Bad. Man kann so als erstes Bad Ammoniumsulfat anwenden und als zweites Bad Salzsäure. Wird ein Sulfat mit fixer Base vor dem Natron des Xanthates verwendet, so fällt das zweite Bad weg und man arbeitet mit einer Mischung von Säure und Salz. Man kann auch eine Mischung von Salzsäure und Natriumsulfat oder zwei ähnliche Bäder nacheinander benutzen.

Nach Chemische Fabrik von Heyden Akt.-Ges.

547. Chemische Fabrik von Heyden Aktiengesellschaft. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Filmen, Bändern usw. aus Viskose.

Franz. P. 446 449; belg. P. 247 552; schweiz. P. 60 741; brit. P. 26 472¹⁹¹².

Bekanntlich polymerisieren sich Zellulosexanthogenatlösungen von selbst je nach Zeit und Temperatur; man nennt das das Reifen der Viskose. Bei den Verfahren, bei denen man Ammoniaksalze als Koagulationsbäder verwendet, weiß man, daß die zu verspinnenden Lösungen der vierten Stufe entsprechen müssen, d. h. C_{24} statt C_6 zu Anfang. Man arbeitet praktisch hauptsächlich bei einer Temperatur von 15° , und dies Reifen dauert 7 Tage. Diese C_{24} -Phase ist dadurch gekennzeichnet, daß die gereifte Viskose unlöslich in schwachen Säuren und Wasser ist, sich dagegen in überschüssiger Natronlauge löst. Viskose in diesem Molekularzustand kann durch ein Ammoniaksalzbad rasch gefällt werden, und man erhält ein gutes Produkt in einem technischen Verfahren. Benutzt man als Koagulationsmittel wäßrige Lösungen von Säuren oder Salzlösungen, auch Ammoniaksalzlösungen mit irgendeiner Säure, so erhält man sehr schlechte Resultate, wenn man Lösungen des C_{24} -Xanthats anwendet. Die erhaltenen Fäden, Filme usw. haben keine Festigkeit und Elastizität, auch hat man zahlreiche Schwierigkeiten bei der Fabrikation. Die Zersetzung der Xanthatlösungen ist zu schnell, man erhält fast sofort ein Zellulosehydrat, ohne daß das Xanthat ge-

¹⁾ Nähere Angaben darüber sind nicht gemacht.

nügend lange erhalten blieb. Zum Teil läßt sich dieser Übelstand vermeiden, wenn man die Temperatur des Fällbades herabsetzt, aber das Produkt ist auch dann noch dem unterlegen, welches man durch Fällen des C_{24} -Xanthats mittels Ammoniaksalze erhält. Wendet man dagegen Zellulosexanthogenatlösungen an, die weniger gereift sind als der C_{24} -Stufe entspricht, so verlangsamt man die Zersetzung in Zellulose derartig, daß alle wäßrigen Lösungen von Säuren oder alle Salzlösungen, die mit einer beliebigen Säure versetzt sind, als Koagulationsbad verwendet werden können. Vorteilhaft wendet man diese Bäder bei Temperaturen bis 50° an, man erhält ein Produkt, welches sehr schnell gesponnen werden kann und sehr billig ist. Das Produkt hat außerdem hervorragende Eigenschaften bezüglich Festigkeit, Glanz und Elastizität. Man nimmt vorteilhaft eine Lösung von genügend gereinigter Viskose und läßt sie ungefähr 72 Stunden bei 15° stehen. Man erhält so ein Xanthogenat, dessen Molekularzustand zwischen der zweiten und dritten Stufe schwankt, d. h. zwischen C_{12} und C_{18} . Bei diesem Reifezustand kann man vorteilhaft und bei Temperaturen bis 50° Bäder irgendwelcher Säuren anwenden, z. B. eine gesättigte Lösung von Natriumsulfat, die mit 10% Schwefelsäure oder 3% Salzsäure versetzt ist, oder eine gesättigte Kochsalzlösung, die mit Ameisen- oder Essigsäure versetzt ist.

548. Chemische Fabrik von Heyden Aktiengesellschaft. Verfahren zur Herstellung von Seidefäden aus Viskose.

Franz. P. 449 536; belg. P. 250 077; brit. P. 22 436¹⁹¹²; schweiz. P. 61 381; D.R.P. 351 871 Kl. 29b vom 13. IV. 1912, mit Zusätzen 369 175 und 417 092 vom 21. VI. 1912; niederl. P. 843.

Nach der Erfindung werden Kunstseidefäden in der Weise erhalten, daß man Viskose in ein Koagulationsbad aus starken Säuren bringt, z. B. aus verdünnter Schwefelsäure. Die besonderen Bedingungen der Einführung der Lösung, Größe und Temperatur des Bades, Schnelligkeit des Durchnehmens des Fadens durch das Bad sind so gewählt, daß die Fäden, die aus dem ersten Bade kommen, noch wasserlöslich sind. Die erhaltenen Fäden können auf Haspel, Spulen usw. aufgewickelt werden, ohne zu zerreißen und zu verkleben. Diese noch wasserlöslichen Fäden werden in unlösliche Kunstseidefäden dadurch übergeführt, daß man sie mit Mineralsäuren, z. B. Schwefelsäure von 4–10%, in einem zweiten Bade behandelt. Man erhält so sehr glänzende, feste Fäden von großer Elastizität, Haltbarkeit und seidenartigem Aussehen. Würde man die Bedingungen des ersten Bades in der gewöhnlichen Weise wählen, d. h. die Zeit, während der die Fäden mit der Säure in Berührung sind, so würden die in dem ersten Bade gebildeten Fäden aus unlöslicher Zellulose bestehen. Die in einer Operation gebildeten Fäden wären weder so dauerhaft noch so glänzend wie Fäden, welche nach dem vorliegenden Verfahren erhalten sind. Arbeitet man nach dem vorliegenden Verfahren, so ist es nicht erforderlich, die Viskoselösung wie bei dem Verfahren der Ver. St. Amer. Patentschrift 896 715¹⁾ vor dem Einbringen in das Fällbad durch schwache Säuren zu neutralisieren. Außerdem sind Säuren,

¹⁾ Siehe S. 447.

wie Essigsäure, oder die Salze schwacher Säuren, wie Natriumbisulfit, teurer und durch ihren Geruch unangenehmer als die starken Mineralsäuren, wie Schwefelsäure. Fällbäder, die mit schwachen Säuren hergestellt sind, haben den Nachteil, daß das Zellulosexanthogenat zu langsam in dem ersten Bade koaguliert wird und noch langsamer in dem zweiten Bade. Bei dem vorliegenden Verfahren kann man sich statt der Schwefelsäure auch anderer starker Mineralsäuren bedienen, z. B. der Salz- oder Phosphorsäure in verschiedenen Stärken; es ist aber notwendig, für eine gegebene Stärke die Versuchsbedingungen, Zeit des Durchnehmens des Fadens durch das Bad und Schnelligkeit des Aufwickelns, auszuprobieren. Das zweite Bad, in welchem die Umwandlung des löslichen Fadens in einen wasserunlöslichen erfolgt, kann aus einer Mineralsäure oder aus einer Salzlösung, z. B. aus einer Lösung von Kochsalz oder Natriumsulfat oder -bisulfat bestehen. Dazu kann man mehr oder weniger Mineralsäure setzen, man kann aber auch diesen Zusatz weglassen. In diesem Falle muß man dafür sorgen, daß die Dauer des Passierens der Fäden durch das erste Bad, die Schnelligkeit des Aufwickelns und des Laufens des Fadens zwischen dem ersten Bade und dem in dem zweiten Bade befindlichen Haspel so eingestellt wird, daß der in dem ersten Bade gebildete Faden löslich ist und aus diesem Bade genug Mineralsäure mitnimmt, um nach und nach das in dem wasserlöslichen Faden enthaltene Alkali zu neutralisieren. Man kann auch das zweite Bad weglassen, wenn man die Konzentration des ersten Bades, die Dauer des Durchgehens des Fadens durch dieses Bad, die Schnelligkeit des Aufwickelns und den Lauf des Fadens zwischen dem ersten Bade und dem Haspel so einstellt, daß die Menge Säure oder säureartig wirkender Lösung, die durch den Faden mitgenommen wird, genügt, allmählich und vollständig das Alkali in dem aufgewickelten, löslichen Faden zu neutralisieren, der dadurch unlöslich wird. Natürlich hängen die Arbeitsbedingungen und die Behandlung in dem ersten Bade von der Zusammensetzung und dem Reifegrade der verwendeten Viskoselösung ab und müssen von Fall zu Fall ausprobiert werden.

Das D.R.P. 351 871 hat folgenden

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man Viskose in Mineralsäuren in der Weise einspinnst, daß in erster Phase ein im wesentlichen noch wasserlöslicher Faden entsteht, der in zweiter Phase durch weitere verdünnte Mineralsäure in den unlöslichen Zellulosefaden umgewandelt wird.

Der Anspruch des Zusatzpatentes 369 175 lautet: Abänderung des Verfahrens nach P. 351 871 zur Herstellung von Kunstfäden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß statt des dort benutzten Bades aus verdünnter Mineralsäure hier ein Bad aus starken Salzlösungen mit oder ohne Zusatz von Mineralsäure zur Umwandlung des im ersten Bade gebildeten wasserlöslichen Fadens in den unlöslichen Zellulosefaden verwendet wird.

Das Zusatzpatent 417 092 hat folgenden Anspruch: Abänderung des Verfahrens des P. 351 871 zur Darstellung von Kunstfäden aus Viskose,

dadurch gekennzeichnet, daß man die Konzentration der im ersten Bades angewandten Mineralsäure, die Fällstrecke, die Abzugsgeschwindigkeit und die Fadenführung so einrichtet, daß der wasserlösliche Faden genügend viel Badflüssigkeit mitreißt, um durch diese mitgerissene Badflüssigkeit nach dem Aufspulen sich allmählich ohne Zutun eines zweiten Bades in den unlöslichen Zellulosefaden umzuwandeln.

549. Chemische Fabrik von Heyden Aktiengesellschaft. Verfahren zur Herstellung von Viskoseseide.

Franz. P. 451 156; schweiz. P. 62 314; österr. P. 75 455; belg. P. 251 405; brit. P. 27 732¹⁹¹²; D.R.P. 337 984 Kl. 29b vom 3. XII. 1911; niederl. P. 371.

Es ist bekannt, daß man brauchbare Fäden dadurch herstellen kann, daß man Viskose, d. h. rohe Lösungen von Zellulosethiokarbonat in verdünntem Ätznatron oder Ätzkali, in Bäder von Ammonsalzlösungen oder sauren Sulfaten in Gegenwart freier Schwefelsäure einbringt. Würde man dieselben Viskoselösungen in verdünnte Schwefelsäure einbringen, ohne dazu Salze zu setzen, so würden Fäden leicht gebildet werden, sie wären aber glanzlos und brüchig und könnten nicht verwendet werden. Die vorliegende Erfindung besteht darin, daß den Viskoselösungen eine geringe Menge Ammoniak zugesetzt oder ein Teil des zur Herstellung der Viskoselösung dienenden Ätzalkalis durch Ammoniak ersetzt wird. Die durch Einbringen einer solchen Lösung in verdünnte Schwefelsäure erhaltenen Fäden sind zuerst weich und glanzlos, sie werden aber nach einiger Zeit durchscheinend und fest genug, um unmittelbar nach dem Waschen abgespult zu werden. Viskoselösungen, welche Ammoniak enthalten, sind auch sehr geeignet, um in konzentrierten Salzlösungen in Gegenwart oder Abwesenheit von freier Säure versponnen zu werden, da man viel verdünntere Salzlösungen anwenden kann. Ferner ist es nicht notwendig, die Fäden auf den Bobinen oder Kopsen zu waschen. Das Verfahren wird nicht geändert, wenn man das Ammoniak gereinigten Viskoselösungen zusetzt.

Das D.R.P. hat folgenden Anspruch: Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man solche Viskoselösungen verspinnt, die einen Zusatz von Ammoniak erhalten haben, oder bei denen ein Teil des Alkalis durch Ammoniak ersetzt ist.

550. Chemische Fabrik von Heyden Akt.-Ges., Radebeul b. Dresden. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Viskose.

D.R.P. 353 483 Kl. 29b vom 28. III. 1912, Zus. z. D.R.P. 337 984.

Das D.R.P. 337 984 (s. vorstehend) schützt ein Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden aus Viskose, die einen Zusatz von Ammoniak erhalten hat, oder bei der ein Teil des Alkalis durch Ammoniak ersetzt ist. Bei weiteren Versuchen zeigte sich, daß man besonders feste und dabei elastische Fäden erhält, wenn man nicht ein einziges Fällbad zur Umwandlung der Lösung in den Zellulosefaden anwendet, sondern wenn man erstens eine derartige Viskoselösung durch ein Fällbad führt, das nur aus Alkalibisulfaten ohne Zusatz freier Schwefelsäure besteht und dabei die Fällbedingungen (z. B. Konzentration und Temperatur des Bades, Fällstrecke und Fällungsdauer usw.) so einhält, daß die in dem

Fällbad geformten Fäden nach Verlassen des Bades noch nicht in unlösliche Zellulose übergeführt, sondern noch wasserlöslich sind, und wenn man zweitens diese wasserlöslichen Fäden auf den Aufwickelspulen durch verdünnte Mineralsäure in unlösliche Zellulosefäden umwandelt. In den amerikanischen Patentschriften 863 793 und 896 715¹⁾ wird zwar auch zunächst ein wasserlöslicher Faden hergestellt, der erst nach dem Verlassen des Spinnbades unlöslich gemacht wird. Es werden aber dort zur Herstellung des wasserlöslichen Fadens Spinnbäder aus schwachen Säuren, z. B. Essigsäure, Milchsäure, Oxalsäure, Natriumbisulfit u. a. benutzt, welche das Xanthogenat nicht zersetzen, sondern nur koagulieren, und der wasserlösliche Faden wird dort in den unlöslichen Zellulosefaden durch sehr lange Behandlung mit Natriumbisulfit übergeführt, s. amer. Patentschrift 896 715, S. 1, Zeile 94 und 106 bis S. 2, Zeile 11. Nach vorliegender Erfindung dagegen geschieht die Herstellung des wasserlöslichen Fadens und seine Überführung in den wasserunlöslichen in Fällbädern aus starken Säuren, wie Natriumbisulfat oder Mineralsäuren, welche im Gegensatz zu den in der amerikanischen Patentschrift angewandten nicht nur das Xanthogenat aus der Viskoselösung ausfällen, sondern es auch während der Ausfällung direkt in den unlöslichen Zellulosefaden überführen können, vgl. Patentschrift 187 947²⁾. Nur durch die bei vorliegendem Verfahren hervorgehobene eigenartige Regelung der Fällbedingungen ist es möglich, selbst unter Anwendung dieser starken Säurebäder zunächst einen wasserlöslichen Faden zu erhalten, ohne vorerst das Xanthogenat zu koagulieren. In den genannten amerikanischen Patentschriften und in der Patentschrift 187 947³⁾ wird in der gewöhnlichen Weise gesponnen, also mit langer Badstrecke bei normaler Abzugsgeschwindigkeit. Obwohl bei vorliegender Erfindung auch im ersten Bade eine Fällflüssigkeit angewendet wird, die stark zersetzend auf das Zellulosexanthogenat einwirkt, ist es gelungen, durch besondere Regelung der Badstrecke und der Fadenabzugsgeschwindigkeit zunächst einen wasserlöslichen Faden zu erhalten. Außer dem schnellere und bessere Resultate gebenden Spinnverfahren hat die vorliegende Erfindung den Vorteil, daß die angewandten Fällflüssigkeiten billig sind, während die der genannten amerikanischen Patentschriften teuer und bei Anwendung von Bisulfit für die Arbeiter schädlich sind.

Es wird z. B. die aus 1 kg Zellulose erhaltene Rohviskose in 8–9 l Wasser gelöst, welches ungefähr 4–6% Ätznatron und 2–3% Ammoniak enthält. Die Lösung wird in üblicher Weise aus Spinndüsen in ein erwärmtes Bad aus 30–40% iger Natriumbisulfatlösung mit z. B. 40 m Abzugsgeschwindigkeit eingesponnen. Der erhaltene wasserlösliche Faden wird dann, und zwar am einfachsten auf der Spule oder in den Spinntöpfen, mit verdünnter Mineralsäure, z. B. Schwefelsäure, behandelt. Oder die aus 1 kg Zellulose erhaltene Rohviskose wird in 8–9 l Wasser unter Zusatz von ungefähr 320–540 g Ätznatron und 160–270 g Ammoniak gelöst. Die Lösung wird in einem Bad versponnen, das in

1) Siehe S. 447. — 2) Siehe S. 448. — 3) Siehe S. 448.

100 T. Flüssigkeit ungefähr 25—30 T. Natriumbisulfat und 5—10 T. Natriumsulfat gelöst enthält. Die Temperatur des Bades hält man auf 40—60° und spinnst bei einer Badstrecke von 3—6 cm mit 40 m Abzugsgeschwindigkeit. Die noch wasserlöslichen Fäden werden auf Spulen aufgewickelt, die in einem Bad von 4—8% Schwefelsäure umlaufen oder von einer solchen berieselt werden.

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens gemäß P. 337 984 zur Herstellung von Fäden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man beim Einspinnen von Viskoselösungen, die einen Zusatz von Ammoniak erhalten haben oder bei denen ein Teil des Alkalis durch Ammoniak ersetzt worden ist, die Fällbedingungen derart regelt, daß zunächst in einem Bade von Alkalibisulfatlösung wasserlösliche Fäden hergestellt werden, welche man alsdann erst nach dem Aufwickeln oder während desselben durch Behandeln mit Mineralsäuren unlöslich macht.

Nach Küttner.

551. Fr. Küttner. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide mit Hilfe von Viskose.

Franz. P. 451 276; belg. P. 251 829; brit. P. 27 676¹⁹¹².

Man erhält mit Schwefelsäure und einem darin gelösten Salze eine Kunstseide, die an Widerstandsfähigkeit, Glanz, Gleichmäßigkeit und Deckkraft überlegen ist, wenn man ein heißes Fällbad anwendet, welches aus einer fast gesättigten Lösung von Natriumsulfat und Natriumbisulfat besteht. Die verwendete Viskose muß, wie es bekannt ist, einen schwachen Reifungsgrad haben, um wasserlösliche Fäden zu geben. Das am besten geeignete Bad besteht aus 27% Natriumbisulfat und 12% Natriumsulfat und wird bis auf 50° erhitzt. Das Erhitzen ist durchaus notwendig und wichtig, weil dieses Salzbad bei Zimmertemperatur eine zu schwache Fällwirkung hätte, um brauchbare Fäden zu geben. Da die Konzentration des Bades so hoch ist, daß die von den Fäden mitgeführte Flüssigkeit an deren Oberfläche auf der Spule kristallisiert, ist es notwendig, die Spulen nach dem Fällen in einer wässrigen, sauren Flüssigkeit umlaufen zu lassen, z. B. in einer verdünnten Bisulfatlösung von etwa 7%. Wasser kann man nicht verwenden, weil der gebildete Faden aus Zellulosexanthogenat besteht und wasserlöslich ist, er geht erst allmählich durch die Wirkung des mitgenommenen Bisulfats in unlösliches Zellulosehydrat über. Man wäscht dann die Fäden stark auf den Bobinen, trocknet und behandelt in der gewohnten Weise. Mit einer gesättigten Natriumsulfatlösung, die mit Schwefelsäure versetzt ist, erhält man keine Fäden mit den oben angegebenen wertvollen technischen Eigenschaften, da das Natriumsulfat bei der Sättigung nur eine etwa 13%ige Lösung gibt. Eine solche Lösung genügt nicht, um aus Viskose Fäden herzustellen, die den in der Weberei an Glanz, Widerstandsfähigkeit und Deckkraft zu stellenden Forderungen entsprechen. Die nach dem vorliegenden Verfahren erhaltenen Fäden haben eine Widerstandsfähigkeit von 20 kg auf den Quadratmillimeter, sie sind also allen anderen Seiden überlegen. Der Querschnitt der Fäden zeigt

eine abgeplattete Form mit Rinnen, während die im Handel befindliche Viskoseseide im Querschnitt pflastersteinartige, eckige Gebilde aufweist. Die bandartige Form erklärt die große Deckkraft der neuen Seide, sie ist im gleichen Gewicht bedeutend kräftiger als die bekannten Seiden. Da die verwendeten Chemikalien sehr billig sind, ist auch der Herstellungspreis der Seide niedrig; sie zeigt ferner den Vorteil, daß Fadenbrüche beim Spinnen selten vorkommen. (2 Zeichnungen.)

552. Fr. Küttner. Verfahren zur Herstellung von Kunstseidefäden aus Viskose.

Franz. P. 453 569; belg. P. 253 139.

Die Herstellung von Kunstseidefäden aus Viskose durch Fällen mit einem Ammoniumsulfatbade ist bekannt, doch entsprechen die so erhaltenen Fäden nicht den Anforderungen der Textilindustrie. Die vorliegende Erfindung bezweckt, den aus dem Ammoniumsulfatbade kommenden Fäden die Eigenschaften zu geben, die sie zur Verwendung in der Textilindustrie geeignet machen. Zu diesem Zwecke läßt man die Spulen, auf die die Fäden aufgewickelt sind, in einem zweiten Bade umlaufen, welches aus einer wässrigen sauren Salzlösung, besonders Natriumbisulfat, besteht. Die Spulen können auch mit dieser Lösung betropft oder bespritzt werden. Man kann als zweites Bad auch eine beliebige anorganische oder organische Säure benutzen.

553. Fr. Küttner, Pirna. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide nach dem Viskoseverfahren.

D.R.P. 416 210 Kl. 29b vom 17. VI. 1923.

Die Herstellung von Kunstseide aus Viskoselösungen geschieht im allgemeinen derart, daß man die Viskoselösungen in sauren Salzbädern zur Erstarrung bringt. Es werden warme Bäder verwendet, welche nahezu mit Salz gesättigt sind, die zur Kristallisation neigen. Der auf Spulen oder in Zentrifugen aufgewickelte Faden wird infolge der durch Entlüftung oder Eigenbewegung entstehenden Luftströmung stark abkühlen, jedenfalls unter die Temperatur des Spinnbades kommen, wobei sich Salzkristalle aus der mitgerissenen Fällösung ausscheiden. Die Kristalle wachsen, und durch ihre scharfen Kanten werden die Elementarfädchen wie mit Messern durchschnitten. Um dem Kristallisieren vorzubeugen, hat man vorgeschlagen, den Salzbädern Zucker oder Zinksulfat zuzusetzen, wodurch die Lösungsfähigkeit der Schwefelsäure für Salze bei niedrigen Temperaturen erhöht wird, oder man ließ die Spule, auf welche der Faden auflief, in schwacher Salzlösung, welche vom Kristallisationspunkt noch weit entfernt war, umlaufen.

Es wurde nun gefunden, daß man die Kristallisation der sauren Salzlösungen auf den oben gebildeten Seidenfäden dadurch vermeiden kann, wenn man Dampf an die Spule heran- oder in die Zentrifuge hineinbringt.

Es ist bekannt, daß man den bei dem Zentrifugenverfahren gebildeten, aus Faden bestehenden Kuchen nachträglich dämpft. Im vorliegenden Falle handelt es sich aber nicht um nachträgliches Dämpfen des Faden-

kuchens, sondern um das Dämpfen des Fadens in der Zentrifuge oder auf der Spule sofort nach seinem Austreten aus dem Spinnbade. Es ist bekannt, daß mit Natriumbisulfat aus Viskose erzielte Fäden einige Stunden gedämpft werden müssen. Dabei handelt es sich um das fertige Viskosebündel und den fertigen Viskosekuchen, die der Dampf-atmosphäre ausgesetzt werden. Im vorliegenden Falle liegt aber die Sache anders. Während des Spinnens, also während sich der Faden aus dem Spinnbad auf die Spule abwickelt, wird Dampf an den einzelnen Faden herangebracht. Es wird also nur die sog. Luftstrecke des Fadens beim Entstehen dem Dampfe ausgesetzt. Die Erfindung geht von der Erkenntnis aus, daß es nicht notwendig ist, den Faden nachträglich zu dämpfen, wenn er in Form von Strang oder Spule vorliegt, sondern der Prozeß ist in dem Augenblick nur nötig, wo der Faden aus dem Fällbade austritt. Das Dämpfen hat den Vorteil, daß es die Konzentration der Salzlösungen nur wenig verringert, so daß ihre chemische Wirkung nur in geringem Maße beeinträchtigt wird. Der Dampf bringt ferner in konzentrierter Form Wärme an den Faden, so daß gleichzeitig auch die Entfernung des Schwefelkohlenstoffes, der sich noch im Faden befindet, beschleunigt wird.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide nach dem Viskoseverfahren mit Hilfe von sauren Salzlösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man den Faden sofort nach seinem Austritt aus dem Fällbade in eine Dampf-atmosphäre bringt.

2. Verfahren nach Anspruch 1 mit der Maßgabe, daß der Dampf auf die Aufwickelspule bläst.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Dampf in die Trommel der Zentrifuge eingeblasen wird.

Nach Leduc, Jacquemin und der Société anonyme des Soieries de Maransart.

554. L. Leduc, H. Jacquemin und die Société anonyme des Soieries de Maransart. Verfahren zur Fällung von Viskose für die Erzeugung künstlicher Seidenfäden, von Filmen und anderen Produkten aus regenerierter Zellulose.

Franz. P. 454 061; belg. P. 253 537; brit. P. 3169¹⁹¹³; D.R.P. 338 360 Kl. 29b vom 9. II. 1913 (gelöscht); österr. P. 82 163; Ver. St. Amer. P. 1 214 931; schweiz. P. 62810.

Cross und Bevan¹⁾ haben gezeigt, daß Kochsalz Alkalizellulose-xanthogenat aus wässriger Viskoselösung fällt, ohne es zu zersetzen. Hierauf ist ein Verfahren zur Reinigung roher Viskose aufgebaut worden. Kochsalz ist aber noch niemals, auch nicht nach Zusatz von irgendeiner starken oder schwachen Säure, zum Fällen von Viskose für die Herstellung von Fäden, Filmen usw. benutzt worden. Die bekannten Verfahren verwenden zum Fällen von Viskose besonders Ammoniaksalze, Schwefelsäure und Salz oder saure Salze wie Bisulfate. Andere Verfahren empfehlen den Zusatz von Glykose, Sulfiten usw. zu besonderen

¹⁾ Siehe S. 368.

Zwecken. Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Fällbad aus einem anderen Salze als Ammoniaksalz und einer anderen starken Mineralsäure als Schwefelsäure. Eine besonders geeignete Mischung ist die folgende: 9 l konzentrierte Kochsalzlösung und 1 l konzentrierte Salzsäure des Handels mit 3—4% freier Chlorwasserstoffsäure (30—40% HCl?). Die Salzsäure hat vor der Schwefelsäure große Vorteile infolge ihrer Flüchtigkeit. Sie wirkt weniger zerstörend auf die Apparate, die Kleider und die Personen, auf die sie während der Bearbeitung der Seide spritzt. Sie erleichtert ferner das Waschen der Seide, zerstört nicht die noch säurehaltige Seide beim Trocknen an der Luft oder bei höherer Temperatur und ist endlich nicht teurer als Schwefelsäure. An Stelle des Kochsalzes können alle löslichen Alkalisalze verwendet werden, ferner Erdalkali- und sogar Schwermetallsalze, Chloride, Sulfate und andere und besonders die Salze und Oxyde, die sich in Chloride in Gegenwart von Salzsäure umwandeln. Das Fällbad darf nur schwach erhitzt werden. Die verhältnismäßig niedere Temperatur verhindert die rasche Entwicklung von Gasen wie Schwefelwasserstoff oder Kohlensäure, und es wird so ein glatter, glänzender und fester Faden erhalten. Eine vorherige Reinigung der rohen Viskose ist nicht unbedingt erforderlich. Die mit dem Kochsalz-Salzsäurebade gefällten Fäden zeigen durch die Zersetzungsprodukte der Viskose eine ziegelrote Farbe, die an Stärke noch zunimmt, wenn man die Fäden einige Zeit an der Luft stehen läßt. Um diese Unreinigkeiten zu entfernen, ist es vorteilhaft, die Fäden durch ein zweites Bad von derselben Zusammensetzung zu nehmen wie das erste. Trotzdem das erste Bad allmählich schwächer wird, ist der Faden doch immer genügend koaguliert, ehe er zu der Spule, dem Haspel oder einer anderen Aufwickelvorrichtung gelangt. Das zweite Bad wird nur wenig schwächer und verunreinigt sich nur wenig. Es kann daher später als erstes Bad dienen. Das erste Bad kann übrigens nach dem Abfiltrieren oder Dekantieren der Unreinigkeiten und Zusatz von Salzsäure weiter verwendet werden.

Der Anspruch des D.R.P. lautet:

Patentanspruch: Verfahren zur Umwandlung von Viskose in Kunstseidefäden, Haare, Filme oder andere Gegenstände aus regenerierter Zellulose, dadurch gekennzeichnet, daß das Fällbad aus einer Mischung von Salzsäure mit Kochsalzlösung besteht.

Nach Steimmig.

555. Dr. F. Steimmig, Hannover (übertragen auf Hugo Küttner, Pirna). Verfahren zur Gewinnung von Zellulosegebilden, insbesondere Fäden und Filmen aus Viskose.

D.R.P. 290 832 Kl. 29b vom 16. II. 1913 (gelöscht); schweiz. P. 64 191 belg. P. 257 581; brit. P. 11 104¹⁹¹³; franz. P. 458 979; Ver. St. Amer. P. 1 200 774, 1 399 587; österr. P. 76 731.

Man unterscheidet bei der Herstellung von Zellulosegebilden im allgemeinen saure und alkalische Fällungsbäder, von denen die letzteren zweifellos den Vorzug verdienen, weil das Alkali das Zellulosegebilde nicht oder doch in viel geringerem Maße angreift als Säure, zumal diese

in erheblicher Konzentration angewandt wird. Tatsächlich zeigen denn auch die Fortschritte auf dem Gebiete der Kupferseide einen völligen Umschwung zugunsten der alkalischen Fällbäder. Anders ist es in der Viskoseseidefabrikation. Hier werden praktisch ausschließlich saure Fällbäder benutzt, und dies ist auch erklärlich, wenn man bedenkt, daß Viskose eine alkalilösliche Zelluloseverbindung enthält, also durch Alkalien nicht in einem unlöslichen Zustand übergeführt werden kann. Trotzdem wäre es von Vorteil, auch für die Herstellung von Zellulosegebilden aus Viskose ein alkalisch wirkendes Fällbad zu besitzen. Bereits lange bekannt ist, daß man Viskose durch konzentrierte Kochsalzlösung koagulieren kann¹⁾, jedoch kann diese Koagulationswirkung nicht praktisch verwertet werden, um in fortlaufendem Betriebe Zellulosegebilde zu erzeugen, da der sich schnell steigernde Alkaligehalt der Flüssigkeit die Koagulation bald verhindert.

Es wurde nun gefunden, daß man aus auf die Viskose koagulierend wirkenden neutralen Alkali- oder Erdalkalisalzlösungen praktisch hervorragend brauchbare Fällbäder machen kann, wenn man ihnen eine gewisse Menge eines Ammonsalzes, z. B. Ammonsulfat, zusetzt. Es hat sich z. B. herausgestellt, daß eine konzentrierte Kochsalzlösung mit einem Gehalt von nur 10% Ammonsulfat ein brauchbares Fällbad ergibt. Diese Wirkung war unerwartet, denn man mußte nach den Erfahrungen mit dem Verfahren der Patentschrift 108 511²⁾ annehmen, daß nur eine ganz konzentrierte Lösung von 30–40% Ammonsulfat, d. h. dem 3–4fachen des obigen Gehalts, als Fällbad brauchbar wäre, zumal es nicht möglich ist, mit einer 10%igen Ammonsalzlösung allein einen Faden zu erhalten. Zwar ist das Fällbad ursprünglich neutral, und das in der Viskose enthaltene freie Alkali wird beim Spinnen an den Säurerest des Ammonsalzes gebunden und somit neutralisiert, aber das in der Viskose ebenfalls enthaltene Schwefelalkali bildet Schwefelammon, und dies ergibt zusammen mit dem im Bade gelösten freien Ammoniak die Alkalinität des Bades. Infolgedessen wirkt dieses Bad in ganz besonderem Maße günstig auf den Faden, selbst bei fortschreitender Steigerung des Schwefelalkaligehaltes. Gegenüber dem aus der Patentschrift 108 511 bekannt gewordenen Fällbade zeichnet sich dieses neue Fällbad durch seine größere Billigkeit aus, so daß es erfolgreich mit den sauren Salzbadern konkurrieren kann.

Die gemäß der Erfindung zu den neutralen Metallsalzfällbädern zuzusetzende Menge von Ammonsalz ist nur geringen Schwankungen unterworfen. Sie richtet sich nach der Art des zu erzielenden Zellulosegebildes und wird z. B. bei starken Fäden (Roßhaar) eine andere sein müssen als bei schwachen (Kunstseide). Die Zusatzmenge ist jedesmal praktisch zu ermitteln. Es liegt jedoch im Interesse der Billigkeit, sie so niedrig wie möglich zu halten. Auch die Ermittlung des am besten koagulierenden Neutralsalzes, ob Kochsalz, Glaubersalz, Chlormagnesium oder Chlorkalzium, muß der Praxis überlassen bleiben. Genau wie bei den sauren Fällbädern ist es ferner zweckmäßig, die neuen Fällbäder noch

¹⁾ Vgl. Patentschrift 70 999, S. 367. — ²⁾ Siehe S. 440.

mit einer dritten Komponente zu versehen, z. B. mit einem reduzierenden Salz oder einem oxydierenden Körper, um den Glanz des Fadens zu erhöhen. Auch kann man natürlich die in den Patentschriften 152 743 und 153 817¹⁾ erwähnten Metallsalze, die mit Schwefelalkali unlösliche Sulfide geben, dem Fällbad hinzufügen, jedoch ist das nicht unbedingt nötig, da es sich herausgestellt hat, daß die neuen Fällbäder im Gegensatz zu den Angaben der genannten Patentschriften keine klebrige Beschaffenheit der Fäden hervorrufen. Nachdem die Fäden oder Filme die Fällbadflüssigkeit verlassen haben, werden sie zweckmäßig auf einen sich drehenden Körper aufgewickelt, der in einer geeigneten Salzlösung läuft. Durch diese Flüssigkeit werden die Zellulosegebilde gereinigt, worauf man sie am besten in verdünnter Säure völlig fixiert und dann mit Wasser wäscht und trocknet. Die weitere Verarbeitung bis zum Fertigprodukt geschieht in der üblichen Weise. Das erzielte Produkt zeichnet sich außer durch die größere Billigkeit seines Herstellungsverfahrens auch durch ganz besondere Festigkeit und Zähigkeit aus.

Patentspruch: Verfahren zur Gewinnung von Zellulosegebilden, insbesondere Fäden und Filmen aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Koagulation durch neutrale Alkali- oder Erdalkalisalzlösungen bewirkt, denen ein Ammonsalz, z. B. Ammonsulfat, zugesetzt ist.

556. In dem

brit. P. 5238¹⁹¹⁴

führt der Erfinder aus, daß bei dem eben beschriebenen Verfahren die gebildeten Fäden leicht aus unzersetzter Viskose bestehen, die mit einer dünnen Haut von Zellulose umgeben sind. Zur Erzielung ganz in Zellulose umgewandelter Fäden ist es wesentlich, die Fäden zum Schluß in einem sauren Bade zu zersetzen. Es wurde gefunden, daß, wenn zuerst ein warmes Bad von hoher Konzentration verwendet wird, das wie bei dem eben beschriebenen Verfahren aus einem neutralen Salze und einem Ammoniumsalze besteht, und man die Fäden in diesem Bade bildet und danach einige Stunden der Luft aussetzt, man das saure Bad weglassen kann. Für normale Viskose, d. h. solche, welche weder zu frisch noch zu alt ist, ist z. B. folgendes Bad anwendbar: 70 Gewichtst. krist. Natriumsulfat und 10 Gewichtst. Ammoniumsulfat werden in 20 Gewichtst. Wasser gelöst, und das Bad wird auf etwa 30–50° erhitzt. In dies Bad wird die Viskose gespritzt und der Faden wird auf Spulen gewunden, die in einem Bade von derselben Temperatur umlaufen, welches aber nicht so hoch erhitzt zu sein braucht wie das erste Bad. Die Fäden sind genügend zersetzt, so daß sie nicht zusammenkleben, auch wenn mehrere Lagen übereinander liegen. Die Spulen mit den Fäden bleiben dann etwa 6 Stunden an der Luft stehen, nach dieser Zeit sind sie ganz in Zellulose verwandelt und bedürfen keiner Nachbehandlung mit Säure. Sie werden dann gewaschen, gereinigt und in bekannter Weise gebleicht. Je frischer die Viskose ist, desto konzentrierter muß das Bad sein. Bei sehr reifer Viskose genügen niedrigere Konzentrationen.

¹⁾ Siehe S. 445 u. 446.

Nach Borzykowski.

557. B. Borzykowski, Paris. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Gebilden aus Viskose.

D.R.P. 402 404 Kl. 29 b vom 22. XII. 1912; brit. P. 12 090¹⁹¹³; belg. P. 257 325 u. 259 137; franz. P. 459 125; schweiz. P. 64 900; österr. P. 89 148; Ver. St. Amer. P. 1 143 569.

Nach bekannten Verfahren wird Viskose durch Lösungen von Säuren oder Mineralsalzen in fester Form als Fäden, Filme usw. abgeschieden. Diese Produkte sind aber unvollkommen und entsprechen nicht allen Anforderungen; sie werden mit der Zeit meistens trübe, brüchig, verlieren den Glanz und lassen sich nicht mehr gleichmäßig anfärben, was durch die Zerfallprodukte der Zellulosexanthogenate unter gleichzeitiger Ablagerung des Schwefels im Innern des Fadens verursacht wird. Diesen Übelstand hat man zu beseitigen versucht, indem man den üblichen Fällbädern mehrwertige Alkohole, wie Glykose, auch Fettsäuren, in beträchtlichen Mengen zusetzte, oder die Kunstprodukte mit schwefelbindenden Salzen nachbehandelte.

Die Grundlage der vorliegenden Erfindung bildet die Beobachtung, daß durch Zusatz von organischen Nitrosobasen, wie z. B. p-Nitrosodimethyl- oder -diäthylanilin usw., oder deren Salzen zu den für Viskose üblichen Fällungsmitteln, wie z. B. Alkalichloriden, -sulfaten usw., in neutraler oder saurer Lösung technisch wertvolle Eigenschaften der Produkte erzielt werden. Bereits ein geringer Zusatz des Nitrosokörpers zu dem kalten oder warmen Fällbad verhindert den zur Abscheidung des Schwefels führenden Abbau der Zellulosexanthogenate, indem er sie vor der Oxydation schützt, und das ausgefällte Gebilde, sei es Faden oder Film usw., zeichnet sich bereits im nassen, rohen Zustande durch einen hohen Glanz, Durchsichtigkeit und große Festigkeit aus.

Beim Spinnen der Viskose kann man die Fäden direkt nach dem Verlassen des obigen umlaufenden Fällbades auf Spulen oder Haspel laufen lassen, die sich in einem schwach alkalischen z. B. Schwefelnatriumbad drehen, wobei die Entschwefelung eintritt, gleichzeitig die oben genannten Basen aus der Lösung abgeschieden, zu Aminobasen, z. B. p-Aminodimethyl- oder -diäthylanilin usw., reduziert werden und als solche fortgesetzt an der Oberfläche der Fäden eine Schutzschicht bilden. Zugleich verhindern sie das Zusammenkleben der Kapillarfäden, wodurch ein Gespinnst von feinem Seidengriff erzielt wird. Beim Nachbehandeln mit verdünnten Säuren bildet sich Zellosehydrat, und zugleich gehen die Aminobasen als Salze in Lösung. Sie können nach Anreicherung der Säurebäder als wertvolle Nebenprodukte wiedergewonnen werden.

Die nach diesem Verfahren aus der Viskose erzielten Produkte zeichnen sich außer durch hohen Glanz und Griff durch eine klare Farbe und außergewöhnliche Festigkeit und Elastizität aus, die z. B. derartige Seide für sämtliche Textilizwecke, besonders in der Weberei, geeignet macht, da sie nicht nur als Schuß, sondern auch als Kette verwendbar ist und allen Anforderungen dank der hohen Festigkeit

und Dehnbarkeit entspricht. An der Luft und beim Lagern ändert das fertige Produkt in keiner Weise seine Eigenschaften und sein Aussehen und läßt sich gleichmäßig anfärben.

Das Fällbad enthält z. B. in 100 T. Wasser gelöst 15 T. Natriumchlorid, 10 T. Ammoniumsulfat und 0,5 T. p-Nitrosodimethylanilin, das vorher mit Schwefelsäure in Lösung gebracht ist. Der Viskosefaden, der in diesem Bade vollkommen erstarrt, gelangt auf eine Spule, die in einer 60–70° warmen Lösung von 10 T. Ammoniumsulfat und 0,5 T. Natriumsulfid in 100 T. Wasser mit beliebiger Geschwindigkeit umläuft. Man kann auch nach dem Fällbad den Faden durch eine geeignete Zwirnovorrichtung auf einen Haspel leiten, der ebenfalls in der alkalischen Lösung sich dreht, worauf der fertige Kunstfaden im Strang weiterbehandelt wird. Man kann schließlich Viskoselösungen in jedem Zustande ihrer Reifung, roh und gereinigt, anwenden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichen Gebilden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Viskoselösung in eine neutrale oder saure Lösung von Mineralsalzen und organischen Nitrosobasen bzw. deren Salzen entsprechend geformt eintreten läßt und hierauf das so geformte Gebilde unmittelbar in schwach alkalischen Lösungen nachbehandelt.

558. B. Borzykowski, Cleveland, Ohio, U. S. A. Viskose.

Brit. P. 116 268; franz. P. 489 881; schweiz. P. 86 010.

Verarbeitet wird Viskose in frischem oder schwach gereiftem und nicht gereinigtem Zustande. Als Fällbäder dienen verdünnte Säuren, die z. B. weniger als 5% Schwefelsäure enthalten, und kalte oder starke Salzlösungen von höherer Dichte als 18° Bé, und man gibt den Fäden einen langen Weg von mindestens 10 cm durch das Fällbad. Säuren bis 10% Schwefelsäure oder saure Salze wie Aluminiumsulfat können den Salzlösungen zugesetzt werden. Ferner können den Fällbädern Alkohole, Metallsalze oder organische Stoffe, wie Nitrosobasen, zur Verhütung der Abscheidung von Schwefel auf den Fäden zugesetzt werden. Man erhält z. B. klare Fäden durch Fälen in einem Bade aus 2,5–3% Schwefelsäure, die Fällstrecke beträgt 20–30 cm und die Abzugsgeschwindigkeit 40 m in der Minute. Künstliche Seide wird hergestellt durch Fälen mit Natrium- oder Ammoniumsulfatlösung von mindestens 22° Bé, die 2–3% Salz- oder Schwefelsäure enthält, bei 35–50° C.

559. B. Borzykowski, Cleveland (Ohio). Verfahren zur direkten Herstellung künstlicher Gebilde aus ungereifter und ungereinigter Viskose.

Schweiz. P. 87 368 vom 18. V. 1918; Ver. St. Amer. P. 1 260 508; franz. P. 489 881.

Man führt das Fälen frischer, in den ersten Stadien ihrer Reifung befindlicher Viskoselösung in Fällbädern von solch starker Konzentration aus, daß bei einer Durchgangsgeschwindigkeit von annähernd 40 m in der Minute eine Fällstrecke von mindestens 25 cm zur kontinuierlichen Koagulation zu verwenden ist. In Unteransprüchen werden

geschützt: 1. ein Fällbad einer Konzentration von mindestens 22° Bé; 2. ein Zusatz von höchstens 10% Schwefelsäure zum Fällbad; 3. ein Zusatz zum Fällbad von 2–3% Salzsäure, von der Gesamtmenge des Bades gerechnet; 4. ein Zusatz organischer Stoffe zum Fällbad.

560. B. Borzykowski, Cleveland, Ohio. Verfahren zur Herstellung von Artikeln aus Lösungen und ihre gleichzeitige Umwandlung in ihre endgültige Form.

Ver. St. Amer. P. 1 375 823, angem. 29. V. 1917, ert. 26. IV. 1921.

Viskoselösung wird in Ammoniumsulfatlösung geeigneter Konzentration und Temperatur eingesponnen, der Faden wird auf einer Walze mit Schwefelsäure fixiert.

Für Kupferoxydammoniakzelluloselösung ist als Fällbad eine alkalische Lösung angegeben, für Nitrozelluloselösung Wasser, für Fibroinlösung Ammoniumsulfat. (1 Zeichnung.)

561. B. Borzykowski, Cleveland, Ohio. Verfahren zur Herstellung von Artikeln aus Lösungen und ihre gleichzeitige Umwandlung in ihre endgültige Form.

Ver. St. Amer. P. 1 375 824, angem. 29. V. 1917, ert. 26. IV. 1921.

Das Fällen erfolgt wie im vorstehenden Patent, die Fixierung durch Säure wird unter Streckung vorgenommen. (1 Zeichnung.)

Nach Lacroix.

562. G. Lacroix, Machelen-Haren. Fällbad zur Herstellung von Gebilden aus Viskose, besonders Fäden oder Filmen.

Belg. P. 256 901.

Man setzt ein Salz, besonders Natriumacetat, zu Essigsäure.

Nach Petit.

563. F. Petit. Verfahren zur Herstellung von Derivaten des Zellulosexanthates.

Franz. P. 461 900; brit. P. 24 376¹⁹¹³.

Für die Herstellung glänzender Fäden aus Viskose benutzt das vorliegende Verfahren Salzlösungen, die mit Mineralsäure oder organischer Säure versetzt sind. Die Menge Säure und die Stärke der Salzlösung werden so gewählt, daß beim Heraustreten aus der Spinnöffnung oder beim Verlassen des Bades der Faden aus Xanthat besteht. Dieser Xanthatfaden geht erst bei der weiteren Behandlung in einen Zellulosefaden über. Mit einer Salzlösung, die mit Mineralsäure versetzt ist, erhält man ein Xanthat, welches sich ziemlich rasch unter der Einwirkung der Mischung oder der Temperatur in einen Zellulosefaden verwandelt. Die Salzlösungen müssen genügend konzentriert und die Menge der Säure muß so sein, daß die Umwandlung des Xanthates in Zellulose sehr schwach ist. Es wird z. B. verwendet: 1. eine gesättigte Salzlösung, die mit 4% technischer Salzsäure versetzt ist; 2. eine Lösung mit 30% Magnesiumsulfat, die 10% Schwefelsäure enthält; 3. eine Lösung mit 30% Natriumsulfat, die 11% Schwefelsäure oder 12% technische Salzsäure enthält; 4. eine Lösung, die 25% Chlorammonium

und 12% technische Salzsäure enthält; 5. eine Lösung, die 15% gewöhnlichen Alaun und 15% technische Salzsäure enthält. Verwendet man eine Salzlösung, die mit organischer Säure versetzt ist, so beschleunigt man zweckmäßig die Zersetzung des Xanthates in Zellulose durch einen Zusatz von Mineralsäure oder deren sauren Salzen in einem zweiten Bade. So wird z. B. eine gesättigte Lösung von Kochsalz mit 10% Essig- oder Ameisensäure verwendet, oder eine Lösung von 25% Ammoniumsulfat mit 10% Essigsäure, oder eine Lösung mit 25% Magnesiumsulfat und 10% Essig- oder Milchsäure.

Das brit. P., dessen Angaben über Zusammensetzung der Bäder etwas abweichen, beschreibt eine Vorrichtung, bei der der Faden nach dem ersten Bade durch Leitern über einen Stab einer gewissen inneren Kompression ausgesetzt wird.

564. Nach dem

Franz. P. 18 764, Zus. z. P. 461 900

können auch folgende Fällbäder angewendet werden: 1. eine Lösung von Kochsalz, die ungefähr 25% Salz und 15% Phosphorsäure (Handelslösung von 45°) enthält; 2. eine Lösung von Kochsalz, die etwa 25% Kochsalz und 15% Chlorammonium enthält und mit 6% Salzsäure (Handelslösung) versetzt ist.

Nach Verhave.

565. Th. H. Verhave, Haag, Niederlande. Spinnbad zur Herstellung von Kunstfäden aus Viskose.

Schweiz. P. 71 447; brit. P. 2485¹⁹¹⁵; niederl. P. 3352; Ver. St. Amer. P. 1 280 338; D.R.P. 324 433 Kl. 29a vom 1. III. 1914 (Dr. J. C. Hartogs, Arnhem, Vosdijk, Niederl.); franz. P. 498 536; österr. P. 91 988.

Bekanntlich kann man aus Viskose gute, glänzende Kunstseidefäden nur dann erhalten, wenn die Viskose vor dem Verspinnen einige Zeit sich selbst überlassen wurde. Dabei kondensieren sich die Zellulose-xanthogenatmoleküle zu größeren Agglomeraten, ein Vorgang, der als „Reifen“ bezeichnet wird. Je mehr die Viskose gereift ist, sei es durch längere Dauer des Reifungsvorganges, sei es durch höhere Temperatur, um so besser läßt sie sich fällen. Bei genügend langer Reifung erfolgt die Fällung sogar freiwillig. Es hat sich nun ergeben, daß eine Viskose, die 7—8 Tage bei einer Temperatur von 16° aufbewahrt ist, sich am besten zum Verspinnen eignet. Eine derartige Viskose braucht zur Fällung nur ganz geringe Mengen freier Wasserstoffionen, was den Vorteil hat, daß der neugebildete Faden beim Austritt aus der Spinn-düse auf seinem weiteren Wege durch das Spinnbad nicht durch eine zu große Säurekonzentration geschädigt wird. Wenn indessen die Viskose, um genügend dünnflüssig zu sein, viel freie Natronlauge enthält, so würde bei Anwendung von sehr wenig Säure bald eine alkalische Reaktion des Spinnbades eintreten. Ein gutes Spinnbad muß aber eine Konzentration der Wasserstoffionen aufweisen, die möglichst konstant bleibt und sich daher in dem Maße, wie eine Neutralisation durch die Hydroxylionen der Viskose eintritt, von selbst erneuert. Dieser Erfolg läßt sich auf verschiedene Weise erzielen, z. B. dadurch, daß man

genügend große Mengen einer schwachen Säure in einem Lösungsmittel löst, in dem eine starke Dissoziation eintritt, z. B. in Wasser, oder in dem man eine starke Säure in einer organischen, wenig ionisierend wirkenden Flüssigkeit löst, oder endlich, indem man eine starke Säure in einem gut ionisierenden Mittel löst und die Ionisierung der Säure zurückdrängt. Um z. B. die Ionisierung von Schwefelsäure zurückzudrängen, muß der Schwefelsäurelösung ein Stoff zugesetzt werden, der in einer wäßrigen Flüssigkeit eine reichliche Menge von SO_4 -Ionen, aber keine H-Ionen ergibt, d. h. ein schwefelsaures Salz. Dieses Zurückdrängen der Konzentration der H-Ionen wurde bisher nicht in genügendem Maße vorgenommen. Die Menge der anwesenden SO_4 -Ionen gegenüber der Menge der Wasserstoffionen war bisher deswegen noch nicht genügend, weil man in der Regel Natriumsulfat als Zusatz anwandte. Um die Ionisierung der Säure genügend zurückzudrängen, müßte noch mehr Natriumsulfat gelöst werden, was aber wegen der beschränkten Löslichkeit des Natriumsulfats nicht möglich ist. Bei dem Spinnbad vorliegender Erfindung ist nun der genannte Zweck dadurch erreicht, daß mindestens noch ein weiteres Sulfat in der Flüssigkeit gelöst ist, um die Konzentration der SO_4 -Ionen genügend zu erhöhen. Diese Konzentration ist derart, daß bei einem Schwefelsäuregehalt von mindestens 7% mindestens 2 gut lösliche Sulfate in solcher Menge vorhanden sind, daß die Flüssigkeit auf je 2 g Säurewasserstoffionen 3 mal $96 = 288$ g Sulfationen enthält, welche als Schwefelsäure, Sulfate oder Bisulfate vorhanden sein können. Das Spinnbad der Patentschrift 187 947¹⁾ enthält auf 3 g Wasserstoffionen (Säurewasserstoff, als Schwefelsäure oder Bisulfate anwesend) nur 3, 3 mal $96 = 317$ g Sulfationen (als Schwefelsäure oder Bisulfate anwesend), und etwa die gleichen Verhältnisse liegen bei den Verfahren der Patentschriften 240 846 und 260 479²⁾ vor. Eine zweckmäßige Zusammensetzung eines Spinnbades für eine Viskose der oben angegebenen Reife ist beispielsweise folgende: 16 T. Na_2SO_4 , 30 T. $\text{MgSO}_4 + 7 \text{H}_2\text{O}$, 9 T. H_2SO_4 , 45 T. Wasser. Die Salze können jedoch auch durch andere gut lösliche Sulfate ersetzt werden.

Der Anspruch des D.R.P. lautet: Spinnbad zur Herstellung von Kunstfäden aus Viskose, bestehend aus einer wäßrigen Lösung von Schwefelsäure, deren Gehalt nicht wesentlich weniger als 7% beträgt, dadurch gekennzeichnet, daß 2 oder mehr gut lösliche Sulfate in solcher Menge zugefügt sind, daß die Flüssigkeit auf je 3 Mol. H-Ionen wenigstens 5 Mol. SO_4 -Ionen enthält.

Nach Silkin Kunstseideindustrie G. m. b. H.

566. Silkin Kunstseideindustrie G. m. b. H., Pilnikau (Böhmen). Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden u. dgl. aus Zellulosexanthogenatlösungen.

Österr. P. 67 113.

Zur Erzielung guter Fäden aus Zellulosexanthogenatlösungen ist es vor allem notwendig, daß die feinen Einzelfädchen, welche zusammen

¹⁾ Siehe S. 448. — ²⁾ Siehe S. 450 u. 451.

den eigentlichen Faden bilden, nicht miteinander verkleben und so einen harten, wenig brauchbaren Faden bilden. Um dies Verkleben zu verhindern, hat man dem Fällbad größere Mengen Ammoniumsulfat zugesetzt¹⁾, wodurch aber das Fällbad verteuert wird. Man hat ferner den Faden zwei aufeinander geschichtete Flüssigkeiten von verschiedenem spez. Gew., die nicht oder kaum miteinander mischbar sind, passieren lassen, von denen die untere den Faden bilden oder das Zellulose-xanthogenat koagulieren, die obere das Aneinanderkleben verhüten soll²⁾. Hier dürfte das Auswaschen der Fäden von der leichteren Flüssigkeit Schwierigkeiten machen. Man hat ferner versucht, durch Zusatz von Metallsalzen die Schwefelverbindungen der Viskose zu zerstören³⁾. Bei allen diesen Verfahren wird eine Abscheidung von Schwefel für schädlich erachtet. Sie ist aber nur schädlich, wenn sie nur teilweise oder unvollständig erfolgt.

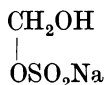
Bei der Erfindung wird nun nicht allein für eine vermehrte Abscheidung von Schwefel Sorge getragen, sondern es wird auch gleichzeitig der bei der Fällung entstehende Schwefelwasserstoff in Schwefel übergeführt. Setzt man der Viskose Alkalithiosulfate zu, so entsteht bei der Fällung durch die einwirkende Fällsäure Schwefel und schweflige Säure. Letztere wirkt auf den gleichzeitig entstehenden Schwefelwasserstoff im Entstehungszustande unter Bildung von Schwefel und Wasser ein, so daß die schädliche Bildung von Gasbläschen in dem noch weichen Faden verhindert wird. Der ausgeschiedene Schwefel hüllt den Faden in gleichmäßig dicker Schicht ein und verhindert das Verkleben. Zur Ausführung des Verfahrens setzt man entweder der Alkalizellulosexanthogenatlösung schon vor dem Verspinnen eine zweckentsprechende Menge einer alkalischen oder neutralen Lösung von Thiosulfaten zu, wobei an festem Thiosulfat etwa 5—10% von dem Gewicht der in Lösung gebrachten Zellulose zu verwenden sind, oder man bildet den Faden durch ein saures Bad und führt den säurehaltigen Faden sofort in ein zweites Bad, das eine 2—3% ige Lösung von Thiosulfat enthält. Durch die dem Faden anhaftende Säure tritt eine Schwefelfällung ein, die den Einfaden einhüllt. Der so gebildete schwefelhaltige Faden wird hierauf nach bekannter Weise weiter behandelt und entschweifelt.

Nach Lange und Walther.

567. Dr. H. Lange und Dr. G. Walther, Crefeld. Verfahren zur Fällung von Viskose behufs Herstellung von künstlichen Fäden und anderen Gebilden.

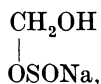
D.R.P. 307 811 Kl. 29b vom 20. VI. 1913; franz. P. 473 256; brit. P. 12 822¹⁹¹⁴; schweiz. P. 71 019; Ver. St. Amer. P. 1 292 544; österr. P. 81 937; niederl. P. 2207.

Sehr gute Ausfällung der Viskose läßt sich bewerkstelligen durch Salze der Oxymethylester der schwefligen Säure, denen man folgende Konstitution zuschreibt:



1) Siehe S. 440. — 2) Siehe S. 788. — 3) Siehe S. 445 u. 446.

und sonstige Aldehydbisulfite sowie Reduktionsprodukte der Aldehydbisulfite, wie Sulfoxylate



ferner durch die ähnlich zusammengesetzten Ketonbisulfite und auch durch Kondensationsprodukte zwischen Phenolen oder Naphtholen einerseits und Aldehyden und Sulfiten andererseits, wie solche in Friedländer, Band IV, S. 97, beschrieben sind. Der Faden fällt homogen, geschmeidig, dehnbar und durchsichtig aus. Einen Vorteil bedeuten die während des Fällens vollständig klar bleibenden Bäder, weil Unregelmäßigkeiten während des Spinnens sofort gesehen und abgestellt werden können. Die Bäder reinigen auch den entstehenden Faden, von dem beim Passieren des Bades braune, sich rasch entfärbende Schlieren abfließen. Zersetzungsgase, wie Schwefelwasserstoff, durch welche der Faden leicht geschädigt wird, treten nicht auf; ebenso findet keine Abscheidung von Schwefel statt. Die Fällbäder wirken äußerst milde, so daß die Abscheidung der Fäden sehr günstig ist. Obwohl noch wasserlöslich, zeigt der Faden doch große Festigkeit und Elastizität. Selbst nach tagelangem Stehen auf der Spule büßt er seine guten Eigenschaften nicht ein und hält jede Weiterbehandlung, wie Zwirnen und Umhaspeln, sehr gut aus. Ein besonderer Vorteil des Verfahrens ist, daß die Grenzen des Reifezustandes der Viskose bei Anwendung der neuen Fällbäder wesentlich weiter sind als bei den bekannten Bädern, welche gewöhnlich bei junger oder überreifer Viskose versagen. Man braucht sich nicht in der Weise wie bisher an einen bestimmten Reifezustand der Viskose zu halten.

Die weitere Verarbeitung des Spinnproduktes zu fertiger Kunstseide läßt sich sehr leicht bewerkstelligen, da das unangenehme Zusammenkleben oder Splittern der Einzelfäden, wodurch Materialverluste entstehen, kaum eintritt. Durch nachfolgende Behandlung mit verdünnten Säuren, durch Erhitzen oder Dämpfen wird der so gefällte Faden wasserunlöslich. Durch das neue Verfahren kann die Überführung der Xanthogenatzellulose in Viskoseseide sehr langsam bewirkt werden, was für die Eigenschaften des Fadens von günstigem Einfluß ist.

Für die Fällbäder seien folgende Beispiele angeführt: I. 300 g Glykose werden warm in 1000 g Natriumbisulfitlösung 35—36° Bé gelöst und beim Spinnen auf 60° C erwärmt. II. 300 g Formaldehyd 40% ig werden mit 1000 g Natriumbisulfitlösung 36° Bé vermischt und beim Spinnen auf 50° C erwärmt. III. 186 g Aceton werden mit 200 g Wasser verdünnt, mit 1000 g Natriumbisulfitlösung 36° Bé verrührt und beim Spinnen auf 50° C erwärmt. IV. 377 g Benzaldehyd werden in 1000 g Natriumbisulfitlösung 36° Bé gelöst und beim Spinnen auf 50° C erwärmt. V. 400 g Rongalit werden in 1000 g Wasser gelöst und beim Spinnen auf 55° C erwärmt. VI. Das nach Friedländer, Band IV, S. 98, als Beispiel 4 aus 94 g Phenol, 250 g Natriumsulfit und 76 g Formaldehyd 40% ig gewonnene Produkt wird in 500 g Wasser gelöst

und beim Spinnen auf 55—60° C erwärmt. Die Bäder werden je nach Bedarf verdünnt oder in anderer Konzentration und auch bei anderer Temperatur benutzt. Auch anorganische und organische Salze, wie Glaubersalz oder Natriumacetat und ähnlich wirkende Salze sowie Zuckerarten können den Bädern beigefügt werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Fällung von Viskose behufs Herstellung von künstlichen Fäden und anderen Gebilden, dadurch gekennzeichnet, daß man Viskose durch geeignete Vorrichtungen in Bäder einführt, welche Aldehydbisulfite (Oxymethylester der schwefligen Säure), deren Reduktionsprodukte, wie Sulfoxylate, Ketonbisulfite, oder auch Kondensationsprodukte aus Phenolen oder Naphtholen einerseits und Aldehyden und Sulfiten andererseits ohne oder mit Zusatz von anorganischen oder organischen Salzen oder Zuckerarten enthalten, und das gewonnene Ausfällungsprodukt nachträglich in geeigneter Weise zersetzt und fertigstellt.

Nach Société anonyme des Celluloses Planchon.

568. Société anonyme des Celluloses Planchon. Fällbad für die Herstellung von Viskosefäden.

Franz. P. 474 727.

Das Doppelsulfit von Ammonium und Natrium, das durch Neutralisation von Natriumbisulfitlösung mit Ammoniak und Abkühlen erhalten wird, wird in Form einer gesättigten Lösung als Fäll- und Zersetzungsbad für die Herstellung von Fäden und Filmen aus Viskose verwendet. Bei 30—40° C wirkt die Lösung als Fällbad, sie verliert praktisch kein Ammoniak, wenn sie mit überschüssigem Natriumbisulfit schwach sauer gehalten wird. Bei 80—90° C verwandelt die Lösung Zelluloseanhydrat in etwa $\frac{1}{2}$ Stunde in Zellulosehydrat und entfernt Schwefel und Polysulfide von den Fäden. Aus den verbrauchten Bädern wird das Ammoniak durch Destillation mit Kalk wiedergewonnen.

Nach Société anonyme Française Kodak.

569. Société anonyme Française Kodak. Verbesserung in der Behandlung von Viskose.

Franz. P. 477 735; Ver. St. Amer. P. 1 117 604 (D. E. Reid).

Die Viskose wird, ehe sie mit Fällflüssigkeit behandelt wird, in ihre endgültige Form, Film oder Faden, gebracht und oberflächlich koaguliert, so daß die Form des Gebildes durch das Koagulierungsbild nicht mehr geändert wird. Die oberflächliche Koagulierung erfolgt durch Hitze, dann wird in gesättigte Natriumsulfitlösung eingebracht und weiter durch Bäder mit fallendem Gehalt an Natriumsulfit genommen. Schließlich wird mit 20% iger Ammoniumsulfatlösung behandelt und durch 5% ige Salzsäure oder eine andere Mineralsäure unlöslich gemacht. Nach Behandeln mit 2,5% iger Natriumhypochloritlösung wird gewaschen. Die Verwendung der Natriumsulfitlösungen abnehmender Stärke entfernt die Schwefelverbindungen aus der Viskose und bewirkt eine stufenweise vollständige Koagulierung.

Nach Biroli.

570. M. Biroli, Pavia. Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden aus Viskose.

Ver. St. Amer. P. 1 226 178.

Man läßt Viskose in ein Bad aus Natriumbisulfid eintreten, um einen Xanthogenatfaden zu bilden, der dann durch ein Bad aus organischer Säure mit oder ohne Zusatz geeigneter Salze fixiert wird.

Nach Hartogs.

571. Dr. J. C. Hartogs, Arnhem, Holl. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Bändern, Filmen u. dgl. aus Viskose.

D.R.P. 337 642 Kl.'29b vom 24. XII. 1919.

Die Fadenbildung vollzieht sich unter Zuhilfenahme des elektrischen Stromes, der so geleitet wird, daß er längs des vom Spinnbad zur Spule laufenden Fadens läuft, der im übrigen in gewöhnlicher Weise gesponnen wird. Als eine Elektrode dient z. B. die isoliert gelagerte Spule oder ein metallischer, isoliert aufgestellter Fadenführer, während die andere Elektrode in das Spinnbad taucht oder von dem das Bad enthaltenden Gefäß gebildet wird. Man kann auch die Elektrode an irgendeiner Stelle des Fadens derart anbringen, daß dieser an der Elektrode unter Berührung entlangstreicht. Der Strom muß also längs des gesponnenen Fadens entlang laufen und kann so seine spezifische koagulierende Wirkung ausüben. Auch Wechselstrom kann verwendet werden. Das Spinnbad kann jede übliche Zusammensetzung haben.

Durch diese Behandlung erhält der Faden gegenüber anderen Arbeitsweisen nicht nur ein schönes Aussehen, insbesondere höheren Glanz, sondern es wird auch der Griff verbessert, so daß sich der Faden weicher anfühlt, wie dies bei Kunstseide erwünscht ist.

Patentspruch: Verfahren zur Herstellung von Fäden, Bändern, Filmen u. dgl. aus Viskose unter Anwendung eines elektrischen Stromes, dadurch gekennzeichnet, daß man mittels Elektroden, die derart angeordnet sind, daß die Spinndüse außerhalb des Stromkreises liegt, durch den in bekannter Weise durch Einspritzen der Viskoselösung in ein Fällbad erhaltenen Faden o. dgl. oder einen Teil davon einen elektrischen Strom in der Längsrichtung hindurchleitet.

572. J. C. Hartogs, Arnhem. Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 219 656 vom 6. VI. 1924 (Prior. 25. VII. 1923); franz. P. 582 546.

Den sauren Fällbädern zum Spinnen von Viskoseseide setzt man ein Ferrisalz, besonders das Sulfat, zu. Die schädlichen Wirkungen des Schwefelwasserstoffs auf die Arbeiter und auf die Eigenschaften des Produktes sollen durch diesen Zusatz beseitigt werden. Der in fein verteilter Form abgeschiedene Schwefel verhindert das Verkleben der Fäden. Das entstehende Ferrosulfat kann im Bade elektrolytisch in Ferrisulfat zurückverwandelt werden.

Vgl. hierzu brit. P. 206 449, S. 504.

Nach Schadee.

573. H. M. Schadee, Rotterdam. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Bändern u. dgl. aus Viskose. D.R.P. 402 025 Kl. 29b vom 21. VII. 1921; brit. P. 183 476; franz. P. 554 180 (Naamlooze Vennootschap Hollandsche Kunstzijde Industrie, Breda, Holland).

Es ist bekannt, Fäden, Bänder u. dgl. aus Viskose derart herzustellen, daß man die Viskose durch Düsen mit geeigneten Öffnungen in ein Fällbad einpreßt, das Säure oder Säure und Salze oder saure Salze gemischt mit Neutralsalzen enthält. Das vorliegende Verfahren bezweckt die Erzeugung von künstlichen Fäden usw. von besonders weichem Griff und hohem Glanz.

Zur Erzielung der angegebenen Effekte werden dem Fällbade schleimige Auszüge aus Pflanzenteilen zugegeben. Die Pflanzenschleime wirken als Schutzkolloide und haben einen besonders günstigen Einfluß auf das Spinnen und auf die Eigenschaften des gesponnenen Produktes. Statt die schleimigen Auszüge dem Fällbade zuzufügen, können sie auch eingedickt der Viskose, also der Spinnmasse, beigegeben werden. Sie gelangen dann zu der gewünschten Wirkung, wenn die Viskose im Fällbade koaguliert und fixiert wird, und werden beim Waschen der erhaltenen Fäden wieder entfernt. Man kann auch so verfahren, daß man einen Teil der Auszüge der Viskose einen Teil und dem Fällbade zufügt. Es ist von Wichtigkeit, daß man die Auszüge in gelöster Form verwendet, und hieraus ergibt sich, daß man sie am besten vor dem Zusetzen filtriert. Da die verwandten Fällbäder sauer sind und Säuren auf Pflanzenauszüge fällend einwirken können, so säuert man die Auszüge vor dem Filtrieren an und erhitzt sie auf die Temperatur des Fällbades oder höher, am besten zum Kochen. Die filtrierten Lösungen können dann noch eingedickt werden. Zur Herstellung der Pflanzenauszüge kann man Wasser, Säuren oder sauer reagierende Körper in geeigneter Verdünnung oder alkalisch wirkende Lösungen verwenden.

Ausführungsbeispiel: 15—20 kg Karragheenmoos oder Isländisches Moos werden je nach Beschaffenheit mit einer genügenden Menge kochenden Wassers oder heißer 5% iger Schwefelsäure übergossen und einige Stunden ausgekocht und der erhaltene Auszug abgepreßt oder filtriert. Mit dem Auszug wird ein Fällbad hergestellt, es enthält auf 300 kg Gesamtwasser 15—20 kg Karragheenmoos oder Isländisch Moos, 6—7% Ammoniumsulfat, 8—9% Schwefelsäuremonohydrat, 15% Natriumsulfat.

Zum Spinnen wird Viskose mittlerer Reife verwendet, es wird im fließenden Bade bei einer Temperatur von 45—48° bei einer Fälllänge von 10—20 cm gesponnen. Man erhält so ohne Nachbehandlung, also ohne eine besondere Fixierung, einen Zellulosehydratfaden von ausgezeichnetem Glanz und hervorragender Weichheit. Auffallend ist, daß zur Erzielung einer Qualitätskunstseide außergewöhnlich wenig Schwefelsäure im Fällbad verbraucht wird.

Bei dem Verfahren des Patents 340 289¹⁾ werden wässrige neutrale Abkochungen von Koniferen dem Fällbade zugesetzt. Die Abkochungen

¹⁾ Siehe S. 499.

enthalten keinen Pflanzenschleim und wirken nicht als Schutzkolloide.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Bändern u. dgl. aus Viskose unter Verwendung eines Fällbades mit Schwefelsäure und schwefelsauren Salzen, dadurch gekennzeichnet, daß dem Fällbade oder der Spinnmasse oder beiden noch wässrige, saure oder alkalische schleimige Auszüge aus Pflanzenteilen, mit Ausnahme der Koniferen, zugefügt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man schleimige Pflanzenauszüge verwendet, die unter Hinzuziehung von Salzen hergestellt sind.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die zur Verwendung kommenden wässrigen oder alkalischen Auszüge vor dem Gebrauche zwecks Reinigung mit Säuren behandelt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1—3, dadurch gekennzeichnet, daß die verwendeten Pflanzenauszüge vor der Verwendung gebleicht werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1—4, dadurch gekennzeichnet, daß neben den Pflanzenauszügen auch schwefelsaure Salze des Ammoniaks oder seiner Derivate verwandt werden.

Nach Naamlooze Vennootschap Nederlandsche Kunstzijdefabriek.

574. N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek. Fällbad für Viskose und analoge Zelluloselösungen.

Franz. P. 565 164 vom 16. IV. 1923.

Man weiß, daß Kolloide um so rascher koaguliert werden, je mehr Valenzen die Ionen des verwendeten Elektrolyten haben. Auch bei der Herstellung künstlicher Seide aus Viskoselösungen verläuft die Koagulation um so rascher, je mehr Valenzen das verwendete Metallsalz hat. Man hat zur Fällung Bäder mit Ionen zwei-, drei- und mehrwertiger Metalle, wie Magnesium, Aluminium usw., benutzt. In mehreren Fällen ist eine rasche Fällung nicht erwünscht, und es ist deshalb vorteilhaft, im Fällbad Metallionen oder andere Ionen niedrigerer Valenz zu haben, z. B. einwertige. Die Koagulierung verläuft dann weniger rasch und allmählicher, wodurch die Beschaffenheit der künstlichen Seide verbessert wird.

575. Naamlooze Vennootschap Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Arnhem, Holland. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosexanthogenat.

Brit. P. 220 288 vom 16. VI. 1924; franz. P. 582 549 (Prior. Deutschland 8. VIII. 1923).

Künstliche Seide, künstliches Stroh u. dgl. von hohem Glanz wird erhalten aus ungereifter Viskose aus ungereifter Natronzellulose durch Verwendung eines Fällbades aus Mineralsäure ohne Salzzusatz, das auf niedriger Temperatur, 10—15°, gehalten wird, und Innehaltung einer Spinnstrecke von 1—2 Meter.

576. Naamlooze Vennootschap Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Viskosefällbad.

Franz. P. 582 547 vom 5. VI. 1924; brit. P. 223 171 (J. C. Hartogs, Arnhem); Ver. St. Amer. P. 1 534 382.

Das Bad besteht aus verdünnter Schwefelsäure, gegebenenfalls einem Salz, und 0,1 bis 5% Salpetersäure. Der Zusatz verbessert Glanz und Griff der Kunstseide.

Nach Naamlooze Vennootschap Hollandsche Kunstzijde Industrie.

577. Naamlooze Vennootschap Hollandsche Kunstzijde Industrie, Breda, Holland. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide.

Brit. P. 219 898 vom 10. III. 1924; franz. P. 578 219 (Prior. Niederl. 7. III. 1923) (auch van Bergen).

Zur Erzielung von Fäden, die auch nach dem Bleichen den bräunlichen Ton der Tussahseide haben, werden den Spinnbädern aus sauren Salzlösungen Karamel oder karamelhaltige Stoffe zugesetzt. Solche Stoffe werden z. B. erhalten, wenn man Melasse auf 150–200° erhitzt. Sie können auch der Viskose oder sowohl der Viskose wie dem Spinnbad zugesetzt werden. Die in der Melasse enthaltenen Betaine oder ähnlichen Stoffe sollen den Glanz und die Weichheit der Fäden günstig beeinflussen.

Nach Deutsche Zellstoff-Textilwerke G. m. b. H.

578. Deutsche Zellstoff-Textilwerke G. m. b. H., Elberfeld. Verfahren zur Fällung von Zellulose aus Viskose.

D.R.P. 339 050 Kl. 29 b vom 12. X. 1918 (gelöscht).

Es ist bekannt, aus Viskoselösungen die Zellulose durch verdünnte Säure zu fällen, der neutrale Salze und besonders Sulfate zugesetzt sind, die die lösende Wirkung des Verdünnungswassers auf die Zellulose aufheben sollen. Bekannt ist ferner, daß auch gesättigte Salzlösungen mit oder ohne Säurezusatz fällend auf Viskose wirken. Hiernach war nicht zu erwarten, daß man der Viskoselösung größere Salzmengen einverleiben könne, ohne daß Fällung einträte. Versuche haben gezeigt, daß dies dennoch möglich ist: Man kann einer Viskoselösung sogar große Mengen (10% und mehr) eines Salzes wie wasserfreies Natriumsulfat einverleiben, ohne daß Koagulation eintritt. Eine solche mit Salz beladene Lösung läßt sich dann durch Einspritzen in reine, wässrige Schwefelsäure verspinnen. Das erhaltene Produkt ist von großer Stärke und hohem Glanz. Dieses Ergebnis dürfte darauf zurückzuführen sein, daß das Salz in konzentrierter Form an der Stelle der Fadenbildung mit der Viskose vereinigt ist. Außer Natriumsulfat kann man z. B. auch Natriumnitrat und Natriumchlorid oder Salze organischer Säuren wie Natriumacetat und Natriumoleat oder Gemische dieser Salze verwenden.

Es werden z. B. 5–10 T. wasserfreien Natriumsulfats oder 5 bis 20 T. Kochsalz oder Salpeter in 100 T. Viskoselösung gelöst. Die Lösung wird, nachdem sie genügend gereift ist — was bei einem Zusatz von

5% Natriumsulfat bei Zimmertemperatur etwa 6 Tage erfordert — ver-spinnen. Als Fällbad wird etwa 20%ige Schwefelsäure benutzt.

Patentanspruch: Verfahren zur Fällung von Zellulose aus Viskoselösung mittels Säure, dadurch gekennzeichnet, daß der Viskoselösung vor der Ausfällung größere Mengen eines neutralen Salzes beigemischt werden.

Nach dem

579. Zusatzpatent 342 641 Kl. 29b vom 30. X. 1919 (gelöscht)

wird das Salz bereits der Alkalizellulose vor der Behandlung mit Schwefelkohlenstoff zugesetzt. Vorzugsweise wird ein Kristallwasser bindendes Salz, z. B. Natriumsulfat, verwendet. Das wasserfreie Salz bindet Wasser, so daß die Alkalizellulose trockner wird und sich beim Behandeln mit Schwefelkohlenstoff nicht so leicht zusammenballt. Dadurch wird ermöglicht, Zentrifugen zum Abschleudern der Natronlauge bei Herstellung der Alkalizellulose zu verwenden. Ferner erfolgt die Lösung des mit dem Salz durchsetzten Xanthogenats leichter und rascher, vermutlich weil die Salze die Teilchen des Xanthogenats getrennt halten. Endlich findet, falls man wasserfreies Natriumsulfat in größeren Mengen verwendet, als der Lösungsfähigkeit des kristallisierten Salzes in der Viskoselösung entspricht, beim Stehen dieser eine Ausscheidung von wasserhaltigem Natriumsulfat statt. Die Kristalle bilden sich hauptsächlich an den vorhandenen Verunreinigungen und den etwa der Xanthogenierung entgangenen Zellulosefasern, reißen sie zu Boden und erleichtern dadurch das Filtrieren.

Patentansprüche: 1. Abänderung des Verfahrens zur Fällung von Zellulose aus Viskoselösung nach Patent 339 050, dadurch gekennzeichnet, daß man das Salz, vorzugsweise ein Kristallwasser bindendes Salz, z. B. Natriumsulfat, im wasserfreien Zustand der Alkalizellulose vor deren Xanthogenierung zusetzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine größere Menge des wasserfreien Salzes zugesetzt wird als der Löslichkeit des kristallisierten Salzes in der Viskoselösung entspricht.

Nach Jentgen.

580. H. Jentgen, Berlin-Südende. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden und anderer Gebilde aus Viskose.

D.R.P. 340 289 Kl. 29b vom 16. XI. 1920 (gelöscht); brit. P. 171 691; österr. P. 90 806; franz. P. 543 473; schweiz. P. 98 759; schwed. P. 54 031.

Man kann bekanntlich künstliche Fäden, Bänder, Filme, Platten u. dgl. herstellen, indem man Viskose durch entsprechend geformte Öffnungen in eine Erstarrungsflüssigkeit, in der Technik Fällbad genannt, eintreten läßt. Als solche Fällbäder werden in der Regel freie Mineralsäure enthaltende Lösungen von Sulfaten, Bisulfaten, Sulfiten usw. verwandt. Neuerdings ist in der britischen Patentschrift 145 627¹⁾ vorgeschlagen worden, Sulfitablauge, und zwar vorzugsweise

¹⁾ Siehe S. 510.

Natronsulfitablauge, an Stelle der Salzlösungen in Verbindung mit einer entsprechenden Menge freier Säure oder saurer Salze zu verwenden. Die in der Sulfitablauge enthaltenen Stoffe entstammen der eigentlichen Holzsubstanz und dürften zum Teil infolge der Einwirkung der schwefligen Säure als Sulfonsäuren, Aldehydsulfite u. dgl. ihre günstige Wirkung bei der Fällung ausüben. Es wurde nun gefunden, daß auch in der Rinde und den Nadeln von Koniferen wasserlösliche Stoffe enthalten sind, die im Fällbad an Stelle von Salzen angewandt, Zellulosegebilde von technisch hervorragenden Eigenschaften ergeben. Ihre Isolierung ist nicht notwendig, vielmehr genügt es, wenn man Reisig oder Rinde von Koniferen einige Stunden mit Wasser auskocht und die so gewonnene Abkochung mit Mineralsäuren oder sauren Salzen ansäuert und als Fällbad verwendet. Beispielsweise kocht man Tannenreisig 3 Stunden mit oder ohne Druck mit Wasser, läßt die dunkelbraune, emulsionsartige, trübe Flüssigkeit ablaufen, dampft sie, wenn nötig, auf 3—5° Bé ein und setzt zu 90 T. der Abkochung 8 bis 10 T. Schwefelsäure von 60° Bé hinzu. Hierbei nimmt die Flüssigkeit eine hellbraune Farbe an und ist alsdann fertig zum Gebrauch als Fällbad. Von Vorteil ist es, daß dieser Bestandteil des Fällbades aus dem überall erhältlichen Reisig oder der Rinde von Koniferen jederzeit von den Verbrauchern selbst herzustellen ist, und daß, wie sich gezeigt hat, bei seiner Verwendung weniger Wert auf die genaue Einhaltung einer bestimmten Reifezeit für die Viskose gelegt zu werden braucht. Auch zeichnen sich so hergestellte künstliche Fäden durch gleichmäßiges Anfärben auch in helleren Tönen, hohe Elastizität und große Zerreißfestigkeit aus.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden und anderer Gebilde aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man Viskose aus entsprechend geformten Öffnungen in die wässrige Abkochung von Koniferenreisig oder -rinde eintreten läßt, der man eine Mineralsäure oder ein saures Salz zugesetzt hat.

Nach Glanzfäden Akt.-Ges.

581. Glanzfäden Akt.-Ges., Petersdorf i. Riesengeb. Verfahren zur Erzeugung künstlicher, sehr feiner Fäden aus Zelluloselösungen.

Schweiz. P. 84 599; brit. P. 141 041; franz. P. 518 451; D.R.P. 405 443 Kl. 29b vom 23. VII. 1918.

Die Erfindung bezieht sich auf ein Streckspinnverfahren aus Viskose gebildeter Fäden, und zwar wird die aus sehr schwach hydratisierter Zellulose gewonnene Viskoselösung während der Bildung des dicken Fadens unter ganz langsam eintretender Koagulation in dem Spinnbade auf äußerste Feinheit ausgezogen. Die Herstellung derartiger Viskoselösungen aus sehr schwach hydratisierter Zellulose kann z. B. in der Art geschehen, daß die Zellulose vor der Einwirkung des Schwefelkohlenstoffs und der Auflösung einer für die Erzielung von glänzenden Kunstseidefäden noch ungenügenden Hydratisierung mittels Ätzalkalien

unterworfen wird, worauf ohne Reifenlassen sofort in Mineralsäuren versponnen wird. Infolge der hohen Viskosität und Dispersität dieser aus schwach hydratisierter Zellulose gewonnenen Viskose koagulieren selbst die in einem 15 % igen Schwefelsäurebad gesponnenen Fäden derartig langsam, daß sie beim sogenannten direkten Spinnen, d. h. Bildung der Fadendicke, unmittelbar an der Düse, auf eine Strecke von etwa 1 m durch solches Spinnbad gezogen werden müssen, bevor sie ganz durchkoaguliert sind. Die bekannten Viskosespinnlösungen koagulieren dagegen schon in Salzlösungen auf einer Badlänge von 6 cm. Es ist verständlich, daß die aus Viskoselösungen aus sehr schwach hydratisierter Zellulose gewonnenen Fäden in einem etwa 1 % igen Schwefelsäurebad oder in ähnlicher Weise schwach wirkenden Fällbädern auf das allerfeinste ausgezogen werden können, um erst dann in einem zweiten Bad endgültig gehärtet zu werden, während dies bei den bekannten Viskoselösungen nicht gelang. Für die Durchführung des neuen Verfahrens eignen sich auch die für das Streckspinnverfahren bekannt gewordenen Apparate. Die praktische Ausführung des Verfahrens erfolgt so, daß man eine aus schwach hydratisierter Zellulose gewonnene Viskoselösung unter geringem Druck durch eine Spinn Düse mit zahlreichen Löchern von etwa 1 mm Durchmesser in ein etwa 1 % iges schwefelsaures Bad eintreten läßt. Dieses durchfließt dauernd das Koagulationsgefäß und zieht dabei die sich bildenden Fäden aufs feinste aus. Die Fäden werden auf einen in 2—4 % iger Schwefelsäure umlaufenden Haspel geführt, wo sie ganz erhärten.

Der Anspruch des D.R.P. lautet:

Verfahren zur Erzeugung künstlicher, sehr feiner Fäden aus Zelluloselösungen durch nachträgliches Ausstrecken von aus weiten Spinnöffnungen austretenden dicken Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß man aus sehr schwach hydratisierter Zellulose, z. B. nach dem Verfahren der Patente 389 394, 402 405 und 403 845¹⁾ gewonnene Viskoselösungen während der Koagulation in einer langsam wirkenden Fällflüssigkeit streckt.

582. Glanzfäden Akt.-Ges., Berlin-Dahlem. Verfahren zur Herstellung von selbst bei äußerster Feinheit sehr gleichmäßigen Zellulosegebilden aus Viskoselösungen.

D.R.P. 388 917 Kl. 29b vom 4. IX. 1921 (gelöscht); brit. P. 185 718; franz. P. 551 741; schweiz. P. 100 142; österr. P. 97 122.

In dem D.R.P. 389 394 nebst Zus.-P. 402 405, 403 845 und 405 002²⁾ ist ein Verfahren beschrieben für die Herstellung eines wolleartigen Gespinnstes oder schappeartiger Garne aus neuartigen Viskoselösungen, die sich unmittelbar in Mineralsäurebädern verspinnen lassen. Das Neuartige der Viskoselösungen bestand darin, daß im Gegensatz zu der für die Herstellung der üblichen Kunstseide benötigten mehrtägigen Reife der Alkalizellulose und der Spinnlösungen selbst jede Anreifung durch bestimmte Maßnahmen unterdrückt und auf diese Weise eine Spinnlösung erzielt wurde, die sich zu besonders wertvollen und wohl-

¹⁾ Siehe S. 1031—1033. — ²⁾ Siehe S. 1031—1034.

feilen Produkten verspinnen ließ. In den betreffenden Patentschriften wurde festgestellt, daß diese neuartige Zelluloselösung eine viel höhere Viskosität und ein erheblich langsames Koagulationsvermögen besitzt als die bekannten mittels Reifen hergestellten Viskoselösungen, so daß selbst bei Anwendung eines Mineralsäurebades, welches bei der schnell koagulierenden gereiften Viskose infolge zu heftiger Einwirkung zum Zerplatzen des in der Entstehung begriffenen Fadens führt, ein gesundes Textilprodukt entsteht.

Es wurde weiter ausgeführt, daß bei größeren und mittleren Titern das Gespinst den Charakter feiner Wolle, bei feinen Titern den der echten Seide annimmt, so daß sich die ersten namentlich für die Herstellung von Stapelfaser, die letzteren für die Erzeugung sehr feiner seidenartiger Garne eignen.

Wird z. B. ein Garn, dessen Elementarfädchen von 1—3 Deniers stark sind, gesponnen, so gleicht es in Griff und Glanz vollkommen der Naturseide. Die Feinheit der Elementarflächen bestimmt sich zunächst nach der eingestellten Fördermenge der Titerpumpe, der Lochanzahl und der Abzugsgeschwindigkeit, wodurch die rechnerischen Grundlagen für die Erzielung eines bestimmten Titors gegeben werden. Die Möglichkeit dagegen, einen sehr feinen Faden mit Sicherheit zu spinnen, d. h. zu einem gleichmäßigen unverletzten und endlosen Faden aufzubauen, hängt letzten Endes von den Koagulationseigenschaften der Spinnmasse selbst oder ihrer Ausziehbarkeit ab, da es ausgeschlossen ist, noch feinere Düsenlöcher, als z. Z. üblich, nämlich von 0,10—0,15 mm Durchmesser, anzuwenden und die Feinheit der Einzelfädchen schon durch den Lochdurchmesser zu bestimmen. Derartige feine Einzelfädchen, wie sie zur Imitation echter Seide benötigt werden, können aus den bekannten schnell koagulierenden gereiften Viskoselösungen nicht gesponnen werden, sondern nur aus den erwähnten neuartigen Viskoselösungen, da sich diese infolge ihres sehr langsamen Koagulationsvermögens ganz außerordentlich ausziehen lassen, ohne daß eine Bruchgefahr eintritt.

Es sei an dieser Stelle nochmals auf das P. 389 394 und seine Zusätze hingewiesen, deren Maßnahme jede, auch die geringste Anreifung der Alkalizellulose und des Xanthogenats unterbinden. Nur die in Übereinstimmung mit diesem Verfahren hergestellten Viskoselösungen zeigen die typische Ausziehbarkeit beim Formen der Fäden. Schon Spuren von Reife ergeben dagegen ein vollkommen unbrauchbares Gespinst, selbst bei Anwendung aller bekannten Spinnbäder, die bestimmt sind, auf die Koagulationsverhältnisse der Fäden günstig einzuwirken. Erst wieder die in üblicher Weise aus gereifter Alkalizellulose hergestellten und selbst gereiften Viskoselösungen ergeben Fäden von textiltechnischem Wert nach Art der bekannten Kunstseide, doch fehlen diesen dann die Feinheit und der charakteristische Glanz der echten Seide.

Bei der Vervollkommnung dieser äußerst feinen seidenartigen Garne wurde nun beobachtet, daß unter Umständen die Gleichmäßigkeit der Einzelfädchen eine gewisse Einbuße durch die bei der Koagulation

in sauren Spinnbädern auftretende Bildung von Schwefelwasserstoff erleiden kann. Allerdings ist die letztere bei der ganz ungeriefen Viskoselösung im Gegensatz zu der gereiften nur sehr gering, da irgendeine Zersetzung des Xanthogenats beim Verspinnen der Lösung kaum eingetreten ist; aber angesichts der außerordentlichen Feinheit der Einzelfädchen liegen gelegentliche Deformierungen durch Schwefelwasserstoffbläschen trotz der langsamen Koagulation im Bereiche der Möglichkeit.

Diese Gefahr wird nun ganz ausgeschlossen durch einen geringen Zusatz von solchen Oxydationsmitteln zu den sauren Spinnbädern, welche durch letztere keine Zersetzung erfahren. Werden z. B. dem Säurebad 2% Natriumpersulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ zugesetzt, so wird der sich bildende Schwefelwasserstoff sofort in Schwefelsäure übergeführt, die dem Bade wieder zugute kommt ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8 + \text{H}_2\text{S} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{S}$). Der ausfallende Schwefelrest verbindet sich mit einem zweiten Teil Schwefelwasserstoff zu Persulfid (H_2S_2), welches als ölige Substanz den Faden nicht zu schädigen vermag und bei den anschließenden Waschungen langsam diffundiert. Das Natriumpersulfat erweist sich für den genannten Zweck als besonders wirksam und wirtschaftlich. Es kann auch innerhalb des Bades durch Elektrolyse in geeigneten Mengen erzeugt werden, da es aus Schwefelsäure und sich beim Spinnen automatisch bildendem Natriumsulfat entsteht.

Das auf diese Weise erhaltene Gespinnst zeigt eine erhöhte Gleichmäßigkeit der Einzelfädchen und damit erzielte, verbesserte textiltechnische Eigenschaften. Versuche haben gezeigt, daß auch beim Verspinnen von teilweise oder ganz gereiften Viskoselösungen, bei welchen die Schwefelwasserstoffbildung erheblich höher ist, und bei Anwendung aller übrigen bekannten Spinnbäder sauren Charakters der Zusatz oxydierender Mittel zum Spinnbad die gleiche gute Wirkung auf die Fadenbildung ausübt, so daß die textiltechnischen Eigenschaften des Fadens in jedem Falle verbessert werden.

Man hat bereits versucht, der im Augenblick der Schwefelwasserstoffbildung dem Spinnvorgang drohenden Gefahr mit reduzierenden Mitteln, wie z. B. schwefliger Säure oder deren Salzen, zu begegnen, praktisch sind diese aber wegen ihrer gasenden Eigenschaften kaum anwendbar, auch sind sie in ihrer Wirkung den vorgeschlagenen Oxydationsmitteln nicht ebenbürtig. Die Anwendung oxydierender Mittel hat noch den weiteren Vorteil, daß infolge der sofort eintretenden Abbindung des Schwefelwasserstoffes die Entwicklung von schlechten Gerüchen vermieden ist.

Beispiel 1. Als Spinnlösung dient eine Viskose, die nach den Grundsätzen des P. 389 394 und der Zus.-P. hergestellt worden ist. Das Spinnbad besteht aus verdünnter Schwefelsäure mit etwa 140 g H_2SO_4 im Liter. Diesem Bade wird eine Lösung von Ammonium- oder Natriumpersulfat in der Menge zugesetzt, daß das Gesamtbad 5 g Persulfat im Liter enthält. Es wird vorteilhaft bei gewöhnlicher Temperatur gesponnen und die Fördermenge der Titerpumpe und die Lochanzahl der Düsen so gewählt, daß sich ein Titer von 1—3 Deniers für jedes Einzelfädchen ergibt.

Beispiel 2. Es wird wie im Beispiel 1 verfahren, nur werden dem Spinnbade etwa 200–300 g Natriumsulfat oder ähnliche Salze, wie Magnesiumsulfat oder Aluminiumsulfat, oder ein Gemisch solcher Salze zugesetzt. Der Gehalt an Persulfat beträgt vorteilhafterweise wieder 5 g für 1 Liter.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von selbst bei äußerster Feinheit sehr gleichmäßigen Zellulosegebilden aus Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man Spinnbädern sauren Charakters sich in letzteren nicht zersetzende Oxydationsmittel, z. B. Persäuren und Persalze, zusetzt, um den beim Spinnvorgang auftretenden und die gleichmäßige Fadenbildung störenden Schwefelwasserstoff unschädlich zu machen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die erforderlichen geringen Mengen des Oxydationsmittels durch Elektrolyse innerhalb des Spinnbades erzeugt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ungeriffte Viskose als Spinnmasse verwendet wird.

583. Glanzfäden Akt.-Ges., Petersdorf i. Riesengeb. Verfahren zur Herstellung von besonders geschmeidigen und festen Zellulosegebilden aus Viskoselösungen.

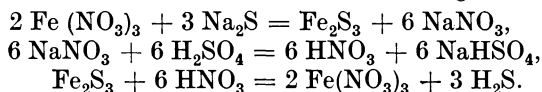
Brit. P. 206 449 vom 25. IV. 1923; franz. P. 571 271 (Prior. Deutschl. 4. XI. 1922).

Die Güte des aus Viskoselösungen hergestellten Gespinstes ist in erster Linie von einer geordnet verlaufenden und gründlichen Koagulation der im Fällbade geformten Fädchen abhängig. Mit den bisher bekannten sauren Fällbädern oder solchen sauren Charakters gelang dies nur, wenn der Reifegrad und Zellulosegehalt der Viskoselösung genau bekannt war und das Spinnbad in Zusammensetzung, Konzentration und Temperatur dem jeweiligen Zustand der Spinnmasse genau angepaßt wurde. Dieses Erfordernis bietet Schwierigkeiten, und es entsteht trotz aller angewandten Vorsicht infolge des im Großbetrieb schnell wechselnden Zustandes der Fällbäder des öfteren ein Anfall von minderwertigem, hartem und brüchigem Gespinst. Es bedeutet daher einen wesentlichen Fortschritt, wenn es gelingt, sich von den schwankenden Faktoren der Viskose und des Fällbades unabhängig zu machen und stets ein gleichmäßiges gutes Produkt zu erzielen, selbst wenn die genaue Abstimmung zwischen Spinnmasse und Fällbad eine Störung erfahren hat.

Dieses Ziel wird erreicht durch die Erfindung, die davon ausgeht, die in der Viskose enthaltenen Schwefelverbindungen während der Koagulation des Fadens in unschädlicher Weise restlos aus diesem zu entfernen, so daß der Faden das Fällbad in gründlich koagulierte Zustände, d. h. in fester, nicht mehr gallertartiger Form und frei von den Zersetzungsprodukten der Schwefelverbindungen, verläßt. — Die Säure des Fällbades, deren heftige Einwirkung man durch Zusatz großer Mengen von Sulfaten und Chloriden oder Kohlenhydraten gewöhnlich schon dämpft, erzeugt mit den Schwefelverbindungen der Viskose schwer aus dem Faden auszuschleudende Zersetzungsprodukte,

die eine gründliche Koagulation des Fadens verhindern. Es wurde gefunden, daß die Nitrate und Nitrite der Schwermetalle, welche eine besondere Affinität zum Schwefel haben, wie z. B. Eisennitrat, oder deren Doppelsalze, z. B. Eisenammoniumnitrat, selbst in ganz geringen Mengen dem Fällbade zugesetzt, eine typische Affinität zu den Schwefelverbindungen der Viskoselösungen besitzen, indem sie sich glatt zu Eisenpolysulfiden und den Nitrosalzen des Natriums umsetzen, wobei sich die ersteren sichtbar in kolloidaler Form aus dem koagulierenden Faden ausscheiden. Die Koagulation des letzteren ist nach Passieren des Fällbades vollkommen beendet, so daß der nasse Faden schon eine gänzlich unversehrte Form von festem, geschmeidigem, lederartigem Griff zeigt, im Gegensatz zu dem sonst erhältlichen, noch gallertartigen Gebilde. Auch bei der Herstellung von Filmen zeigt sich der gleiche Erfolg in deutlichster Weise.

Das neue Verfahren bewährt sich besonders beim Verspinnen von ungereifter Viskose nach den brit. P. 135 205, 152 349 und 181 330¹⁾ unter Benutzung der Topfspinnmethode, da die aus solcher Viskose sehr fein ausziehbaren Fädchen in den bisher üblichen Bädern wesentlich langsamer als Gespinste aus gereifter Viskose koagulieren und auch nicht, wie beim Walzenspinnsystem, in einem zweiten Bade gehärtet werden können. Das Verfahren besitzt ferner den Vorteil großer Wohlfeilheit, da schon ganz geringe Mengen des Zusatzmittels den erstrebten Erfolg bringen. Überdies handelt es sich bei den eintretenden Reaktionen um solche, bei denen das zugesetzte Chemikal sich nur sehr langsam verbraucht. Die Reaktionen dürften formelmäßig wie folgt verlaufen:



Auch die Formeln bestätigen die sichtbare Erscheinung, daß die Schwefelverbindungen als Eisenpolysulfid den Faden verlassen und die ihn sonst schädigende Bildung von Schwefelwasserstoff erst außerhalb des Fadens im Bade stattfindet, wodurch eine große Schonung des Fadens erzielt wird.

Beispiel 1. Das Spinnbad besteht aus einer 15%igen Schwefelsäurelösung, der 5 g Eisennitrat je Liter zugesetzt werden.

Beispiel 2. Das Spinnbad besteht aus einer 15%igen Schwefelsäurelösung, der 200 g Natriumsulfat und 5 g Eisennitrat je Liter zugesetzt werden.

Vgl. hierzu brit. P. 219 656, S. 495.

Nach Kämpf (Glanzfäden Akt.-Ges.).

584. A. Kämpf, Premnitz (Glanzfäden Akt.-Ges., Berlin-Dahlem).
Künstliche Fäden, Filme, Viskose.

Brit. P. 178 801 vom 10. XI. 1921; franz. P. 541 821 (Prior. Deutschl. 21. IV. 1921).

Fäden usw. von erhöhter Festigkeit werden erhalten durch Benutzung roher oder ungereifter Viskose und eines Fällbades aus Mineral-

¹⁾ Siehe S. 1031—1034.

säure und Salzen, z. B. 7—13%iger Schwefelsäure, das mit Natrium sulfat gesättigt ist.

585. A. Kämpf, Premnitz. Künstliche Fäden, Filme, Viskose.

Brit. P. 184 449 vom 21. VII. 1922 (Prior. Deutschl. 6. VIII. 1921); franz. P. 554 217; Ver. St. Amer. P. 1 545 144; schweiz. P. 102 509.

Ein Spinnbad zur Erzeugung künstlicher Fäden usw. aus Viskose besteht aus der wässerigen Lösung der Säuren, die man erhält, wenn man die Kondensationsprodukte aus Phenolen und Aldehyden und Ketonen, besonders Ketosen, Aldosen und besonders verschiedenen Kohlenhydraten sulfoniert. Das Fällbad kann auch Mineralsäuren oder mineralisaure Salze und die Salze der sulfonierten Säuren enthalten. Mit solchen Bädern können befriedigende Ergebnisse auch bei ungereifter Viskose erhalten werden. Z. B. besteht das Fällbad für Fäden von 2 Denier aus 10% Schwefelsäure, 8% Neradol und 10% Natriumsulfat, es wird auf 18° gehalten, die Spinnstrecke beträgt 40 cm bei normaler Abzugsgeschwindigkeit.

586. A. Kämpf, Premnitz. Künstliche Fäden, Filme, Viskose.

Brit. P. 184 450 vom 21. VII. 1922 (Prior. Deutschl. 6. VIII. 1921); franz. P. 554 013; schweiz. P. 102 510; österr. P. 99 193.

Ein Spinnbad zur Herstellung künstlicher Fäden usw. aus Viskose besteht aus der wässerigen Lösung der Säuren, die man durch Sulfonieren der in Gegenwart saurer Katalysatoren erhaltenen harzartigen Kondensationsprodukte aus Phenolen und Holz herstellt.

Zu dem Bade können Mineralsäuren zugesetzt werden, oder die Säure kann teilweise neutralisiert werden, oder zu dem Bade werden Salze von Mineralsäuren oder den oben genannten sulfonierten Säuren zugesetzt. Mit solchen Bädern können auch bei ganz ungereifter Viskose zufriedenstellende Ergebnisse erhalten werden. Das Fällbad enthält z. B. 10—12% Schwefelsäure, 5% Sulfosäure und 15% Natriumsulfat, die Spinnstrecke beträgt 50 cm und die Abzugsgeschwindigkeit 50 m.

587. A. Kämpf, Premnitz. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden aus Zellulosexanthogenat.

Brit. P. 234 188 vom 25. II. 1924; franz. P. 578 159.

Die Fällbäder enthalten einen oder mehrere der folgenden Stoffe: die Sulfosäure eines hydrogenierten aromatischen Kohlenwasserstoffs, Oxymethylnaphthalinsulfosäure, die Kondensationsprodukte dieser Säuren oder der Sulfosäure eines aromatischen Kohlenwasserstoffs mit Aldehyden, Ketonen usw. und besonders solche unter diesen Stoffen, welche Leim fällen. Die Sulfosäuren können als Salze verwendet werden. Die Bäder können auch die im brit. P. 234 433 (s. nachstehend) genannten Stoffe enthalten. Andere Bestandteile der Fällbäder sind Mineralsäuren, Salze, natürliche Gerbstoffe usw. Z. B. enthalten die Bäder Tetrahydronaphthalinsulfosäure oder ihr Kondensationsprodukt mit 1 Mol. Formaldehyd oder Naphthalin, oder Tetrahydronaphthalinsulfosäure in Gegenwart von Schwefelsäure, oder das Natriumsalz von

Oxymethylnaphthalinsulfosäure, in allen Fällen neben freier Schwefelsäure.

588. A. Kämpf, Premnitz. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden aus Zellulosexanthogenat.

Brit. P. 234 433 vom 25. II. 1924.

Die Fällbäder enthalten die Sulfosäuren von Mineralölen, aliphatischen Teeren oder Teerölen oder die Kondensationsprodukte dieser Sulfosäuren mit Aldehyden, Ketonen usw.; unter diesen Stoffen sind die leimfällenden besonders geeignet. Die Sulfosäuren werden teilweise als Salze verwendet. Die Bäder können ferner Mineralsäuren, Salze, natürliche Gerbstoffe u. a. m. enthalten. Man verwendet z. B. das Produkt, welches man erhält, wenn man Braunkohlenteer oder Maschinenöl mit konz. Schwefelsäure bei Zimmertemperatur sulfoniert, oder die Kondensationsprodukte dieser Säuren mit Formaldehyd.

Nach Zellstoffabrik Waldhof und Hottenroth.

589. Zellstoffabrik Waldhof und Dr. V. Hottenroth, Mannheim-Waldhof.

Fällbad für Kunstfäden u. dgl.

D.R.P. 356 309 Kl. 29b vom 8. X. 1918; brit. P. 147 416; franz. P. 519 795; schweiz. P. 90461; norweg. P. 33 734; schwed. P. 53 679; niederl. P. 7313.

Als Fällbad für Kunstfäden u. dgl., besonders solcher aus Viskose, kann man mit Vorteil das kohlenhydrathaltige Hydrolysiergemisch verwenden, welches man bei der Hydrolyse von Holz oder anderen zellulosehaltigen Stoffen mit Mineralsäuren, vornehmlich Schwefelsäure, erhält. Zellulose wird bekanntlich durch Mineralsäuren höherer Konzentration in einfachere Kohlenhydrate gespalten, ein Vorgang, der bis zum vollständigen Abbau der Zellulose zu Traubenzucker durchgeführt werden kann. Als erste Abbauprodukte entstehen dabei höhermolekulare Kohlenhydrate, Dextrine usw. Je nach Art des verwendeten Zellulosematerials enthält das Reaktionsgemisch außerdem noch andere Kohlenhydrate (auch Pentosen), Pflanzensäuren u. dgl. Außer diesen und anderen aus dem Pflanzenstoff stammenden Nebenprodukten ist in dem Hydrolysiergemisch noch eine verhältnismäßig große Menge Mineralsäure vorhanden. Da diese aber auch einen für das Fällbad unerläßlichen Faktor bildet, so liegt darin ein doppelter Vorteil des Verfahrens, daß die beiden für das Fällbad zu verwendenden Produkte unmittelbar im Gemisch miteinander gewonnen werden. Man braucht einerseits den Zucker nicht zu isolieren, um ihn gesondert dem Fällbad zuzusetzen; andererseits gestattet das Verfahren die Verwendung der aus dem Zellulosematerial gebildeten Kohlenhydrate, ohne daß die schwierige und kostspielige Abtrennung der zur Hydrolyse benutzten Säure erforderlich ist.

Man kann beispielsweise folgendermaßen verfahren: Sägemehl wird mit der gleichen Menge etwa 80% iger Schwefelsäure durchknetet, nach mehrstündigem Stehen mit Wasser verdünnt und bis zum gewünschten Grade der Verzuckerung, gegebenenfalls unter gleichzeitiger Konzentration, erhitzt. Je nach Stärke und Dauer des Erhitzens enthält

die Lösung mehr oder weniger weit abgebaute Kohlenhydrate, was polarimetrisch verfolgt werden kann. Man kann auch schon vor oder während des Erhitzens einen Teil der Säure, z. B. mit Soda, neutralisieren. Man filtriert dann vom unlöslichen Rückstand ab, neutralisiert gegebenenfalls die Säure nach Belieben und setzt nötigenfalls Ammonsulfat, Natriumbisulfat od. dgl. zu. Die Lösung kann dann unmittelbar als Fällbad für Viskose benutzt werden. Natürlich kann man gleichzeitig auch noch andere übliche Spinnbadzusätze (Ameisensäure, Milchsäure, Alaun u. dgl.) mitverwenden. Für Transportzwecke ist es vorteilhaft, die Mineralsäure der Lösung vollständig zu neutralisieren und die Mischung bis zur Sirupdicke oder Kristallisation einzudampfen, in welchem Falle also beispielsweise nur eine aus Natriumsulfat und Zelluloserohrzucker bestehende Kristallmasse zu transportieren ist, die an Ort und Stelle einfach dem Spinnbad zugesetzt werden kann oder in Wasser aufzulösen ist und, nach den erforderlichen Zusätzen von Säure, Salzen u. dgl., als Spinnbad benutzt wird.

Man kann auch die Lösung der Kohlenhydrate vor ihrer Verwendung erst noch einer Reinigung unterwerfen und dadurch einen Teil der bei der Säurebehandlung des Pflanzenstoffes entstehenden Nebenprodukte entfernen und gegebenenfalls für sich gewinnen.

Patentanspruch: Fällbad für Kunstfäden u. dgl., gekennzeichnet durch die Verwendung der bei der Hydrolyse von Holz oder anderen zellulosehaltigen Stoffen mit Mineralsäuren, vorzugsweise Schwefelsäure, gewonnenen Gemische von Kohlenhydraten, Mineralsäure (oder mineralischen Salzen) und aus dem Zellulosematerial stammenden Nebenprodukten mit oder ohne Zusatz anderer Reagenzien.

Nach Müller und Voss.

590. Dr. M. Müller, Finkenwalde, und H. Voss, Berlin. Verfahren zur Herstellung von Natriumbisulfat-Fällbädern zur Herstellung von Viskosegebilden aller Art.

D.R.P. 359 768 Kl. 29b vom 1. V. 1919 (gelöscht).

Bei der Viskoseherstellung wird fast ausschließlich von Holzstoff ausgegangen. Er wird mit Ätznatronlauge im Überschuß behandelt, hiernach durch Abpressen von der überschüssigen Lauge befreit und schließlich in bekannter Weise weiter behandelt. Die hierbei entstehende sogenannte Preßlauge enthält je nach der Art und Beschaffenheit des verwendeten Zellstoffs mehr oder weniger beträchtliche Mengen gelöster Zellulosederivate (Hemizellulosen, Holzgummi), welche in Lösung gegangen sind. Man hat diese Preßlaugen zu reinigen versucht, in der Regel finden sie aber wieder ungereinigt Verwendung bei der Auflösung von Viskose, insbesondere bei der Bereitung spinnbarer Lösungen von Zellulose, obschon hierdurch die Filtration der Spinnlösung und auch die Reinhaltung der formgebenden Öffnungen, aus denen die Viskoselösung in die Fällungsbäder tritt, erschwert wird.

Es hat sich nun gezeigt, daß die Verwendung der Preßlauge zu Fällungsbädern für viele Zwecke, z. B. bei der Kunstseiden- und Stapel-

faserherstellung, mit Vorteilen verbunden ist, insbesondere wenn man so verfährt, daß man von der Benutzung der ungereinigten Preßblauge zum Auflösen der Viskose absieht und die Lauge ungereinigt mit schwefliger Säure in ein Natriumbisulfitspinnbad überführt. Bei der Aussalzung der Viskose, die in solche Spinnbäder eintritt, wirken die gelösten Zellosederivate in nützlicher Weise.

Es ist gefunden worden, daß selbst eine weitere Anreicherung der Bisulfittfallbäder mit gelösten Zellosederivaten bei der Aussalzung günstig wirkt. Insbesondere haben sich die bei der Veredelung von Zellstoff durch alkalische Behandlung sich ergebenden Ablaugen vorteilhaft in gleicher Weise oder als Zusatz zur Preßblauge bei der Bisulfittbereitung verwenden lassen.

Bei Ausführung des Verfahrens stellt man die Preßlaugen oder auch die Ablaugen der Zellstoffveredelung oder beide Laugen vereinigt so ein, daß nach der unter Abkühlung folgenden Sulfittierung durch Einleiten von schwefliger Säure die für das Fällbad erforderliche Konzentration der Bisulfittlösung erzielt wird. Die Verwendung des Bisulfittfallbades kann unter Abkühlung oder bei normaler oder selbst erhöhter Temperatur erfolgen. Die entstehenden Fäden, Filme usw. werden in bekannter Weise aus der Fällbadflüssigkeit entfernt und in besonderen Verarbeitungsgefäßen vorteilhaft mit Säuren oder sauren schwefelsauren Salzen fixiert. Dabei wurde als vorteilhaft gefunden, daß man das bei der Zersetzung der Fällbäder und das bei der Fixierung der Formgebilde mit Säuren entstehende Schwefeldioxyd im gleichen Fabrikationsgang zur Umwandlung der Preßlaugen benutzt. Die Zersetzung der ausgenutzten Fällbadflüssigkeit gleichzeitig mit der Zersetzung der geformten Gebilde durch Säurebehandlung hat sich als besonders zweckmäßig erwiesen.

Schließlich ist gefunden worden, daß man die Anreicherung der Preßbäder mit Vorteil noch weiter treiben kann, indem man ihnen Ablaugen der Zellstofffabrikation hinzufügt und die so erhaltenen Ablaugengemische mit schwefliger Säure in angegebener Weise in Bisulfittfallbäder umsetzt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Natriumbisulfittfallbädern zur Herstellung von Viskosegebilden aller Art, dadurch gekennzeichnet, daß man die Preßlaugen der Alkalizellulosefabrikation bei der Viskoseherstellung oder ähnliche gelöste Zellosederivate enthaltende Alkaliablaugen durch Behandlung mit schwefliger Säure in Bisulfittfallbäder überführt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die durch Zersetzung der Fällbadflüssigkeiten mit Säuren rückgewinnbare schweflige Säure zur Umwandlung der Preßlaugen benutzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Preßlaugen weiterhin mit gelösten organischen Stoffen, insbesondere mit Ablaugen der Zellstofffabrikation oder mit den Ablaugen der Zellstoffveredelung, anreichert und sie alsdann mit schwefliger Säure in beschriebener Weise sulfittiert.

Nach Müller.

591. Dr. M. Müller, Finkenwalde b. Stettin. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Bändern, Filmen oder Platten aus Viskose.

D.R.P. 355 981 Kl. 29b vom 7. IX. 1918; österr. P. 92 479; brit. P. 145 627; franz. P. 518 391; Ver. St. Amer. P. 1 386 521; schweiz. P. 90 660; niederl. P. 8065; norweg. P. 33 874.

Es wurde gefunden, daß man bei der Herstellung von sogenannter Stapelfaser und anderen Viskosegebilden besonders wertvolle Produkte erhalten kann, wenn man die in der Sulfitzellstofffabrikation abfallende Lauge als Fällbad mit benutzt. Der Gehalt dieser Sulfitablauge an Hexosen und Pentosen oder an gerbenden und nicht gerbenden Stoffen und das Verhalten der Ablauge Mineralsäuren und Salzen gegenüber hat offenbar zu dem überraschenden Ergebnis beigetragen. Die dunkle Färbung der Sulfitablauge ist bei dem Verfahren nicht störend, doch läßt sich auch eine für Spinnzwecke genügende Aufhellung erreichen.

Bei der Herstellung von Kunstfäden und Stapelfasern benutzt man vorteilhaft eine mit bekannten Mitteln kalkfrei gemachte und durch Verdampfen eingedickte Ablauge, welche mit schwefliger Säure, Schwefelsäure oder Salzsäure auf einen günstigen Säuregehalt eingestellt wird, den man während des Spinnens regelt. Beispielsweise verwendet man ein Spinnbad, welches durch Vermischen von 30 T. Sulfitextrakt von 30° Bé, 11 T. Schwefelsäure von 66% und 59 T. Wasser hergestellt ist. Ausgefällter Gips wird naturgemäß beseitigt. Die Verwendung von sogenannter Natriumsulfitablauge, die durch Kochen von Holz mit Natriumbisulfitlauge unmittelbar erzeugt oder mit Natronsalzen aus Kalkablauge durch Umsetzung hergestellt wurde, hat sich als besonders vorteilhaft gezeigt. Auch die bei der Sulfitpfitfabrikation abfallende Lauge ist gut verwendbar, wobei jedoch ein erhöhter Gehalt des Spinnbades an Sulfiterschlempen (bei obigem Beispiel genügen 35—40 T.) anzuwenden ist. Schließlich ist gefunden worden, daß eine Zugabe von Härtungsmitteln zum Sulfitablaugenfällbad auf die Beschaffenheit des Produktes einen vorteilhaften Einfluß ausübt. Man kann Härtungsmittel, wie Formaldehyd, Tonerdesulfat usw., benutzen und hierbei auch die verschiedensten Zusätze, wie tierischen Leim, Algenschleime usw., zufügen, um besondere Effekte zu erzielen. Besonders die Wasserempfindlichkeit und das Färbungsvermögen der Zellulosegebilde lassen sich auf diesem Wege günstig beeinflussen.

Mineralsäuren und saure Salze sind als Fällbäder für Viskose allgemein bekannt. In der Praxis wird bis heute hauptsächlich das sog. Müllerbad des Erfinders verwendet. In der Großindustrie bereitete man dieses Fällbad, indem man das bisher als Abfallprodukt erhältliche Bisulfat in Wasser auflöste und mit Schwefelsäure auf den erforderlichen erhöhten Gehalt an Schwefelsäure einstellte. Durch die Erfindung ist es gelungen, an die Stelle des als Abfall kaum mehr erhältlichen Bisulfats die fast wertlose Sulfitablauge zu setzen. Die Wirkungsweise der in der Sulfitablauge gelösten Stoffe ist noch nicht ganz aufgeklärt. Die

Zuckerstoffe (Hexosen und Pentosen) schützen den gebildeten Faden oder Film vor zu energischer Einwirkung der Schwefelsäure, während sich die Sulfonsäuren der Lauge allmählich unter Abgabe von schwefliger Säure zersetzen, welche letztere neben der zugefügten Mineralsäure (Schwefelsäure) Fällung und Fixierung der Faser bewirkt. Durch die Mitverwendung von Sulfitablauge wird daher nicht nur das nicht mehr für den Prozeß verfügbare Bisulfat oder das in diesem erhaltene neutrale Sulfat ersetzt, sondern es wird überdies ein Teil der freien Schwefelsäure des Bisulfats durch schweflige Säure ersetzt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Bändern, Filmen oder Platten aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man Viskoselösung aus entsprechend geformten Öffnungen in Sulfitzellstoffablauge treten läßt, welcher eine Mineralsäure oder ein saures Salz zugesetzt ist.

2. Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Natriumsulfitablauge oder die bei der Sulfitfabrikation abfallende Lauge benutzt.

3. Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man dem Fällbade Härtungsmittel hinzufügt.

592. Dr. M. Müller, Finkenwalde b. Stettin. Verfahren zur Herstellung von Gebilden aus Viskose.

D.R.P. 385 768 Kl. 29b vom 26. VI. 1920.

Bei der Herstellung von künstlichen Gebilden aus Viskose werden als Fällbad gewöhnlich Lösungen benutzt, die eine Säure und daneben ein Salz enthalten. Auch Natriumbisulfitlösungen wurden bereits als Fällbäder gebraucht.

Nach der Erfindung geht man mit Vorteil von Fällbädern aus, die neben anorganischen noch gewisse organische Säuren in Lösung enthalten. Als letztere kommen insbesondere die in den Sulfitablaugen vorhandenen komplexen organischen Säuren, die sog. Ligninsulfonsäuren, in Betracht. Es ist überraschend, daß man mit solchen Säuregemischen allein, ohne Anwesenheit von Salzen, Gebilde von hohem Glanz erzeugen kann. Selbstverständlich kann man diesen Säurebädern zur Erzielung besonderer Effekte die an sich bekannten Mittel, z. B. reduzierende Stoffe, wie Zucker, Glycerin od. dgl., oder oxydierende Stoffe zur Erzielung von Bleichwirkung usw., zusetzen.

Die zur Erzielung der Säurebäder empfohlenen Ligninsulfonsäuren sind meist an Kalk gebunden in der Sulfitzelluloseablauge enthalten und können durch Behandlung der rohen Sulfitablauge mit einer geeigneten Säure behufs Ausfällung des Kalks isoliert werden. Man erhält z. B. ohne weiteres wirksame Fällbäder, wenn man Sulfitablauge mit Schwefelsäure, Oxalsäure usw. im Überschuß versetzt und den entstehenden Gips oder das Kalziumoxalat durch Absitzenlassen, Filtrieren oder Zentrifugieren entfernt. Man kann dabei von der aus dem Kocher kommenden unveränderten oder von der mit bekannten Mitteln von schwefliger Säure befreiten Ablauge oder auch von bereits vergorener Ablauge ausgehen und alsdann die durch Säurebehandlung

wirksam gemachte Ablauge durch Verdampfen bis zu zweckentsprechender Dichte einengen. Es empfiehlt sich indessen eine Vorkonzentration der Ablaugen vor ihrer Behandlung mit Säuren, um infolge der Verringerung des Lösungsmittels den Gips oder das Kalkoxalat restloser zur Ausscheidung zu bringen.

Beispiel 1. Roher Sulfitextrakt des Handels von etwa 34° Bé wird versetzt mit ungefähr der halben Gewichtsmenge Wasser und etwa 27,5% Schwefelsäure von 66° Bé. Nach Abscheidung des ausfallenden Gipses bildet die überstehende Flüssigkeit ein wirksames Fällbad. Bei dem schwankenden Kalkgehalt von Sulfitablaugen verschiedener Herkunft ändert man die Verhältnisse von Fall zu Fall in zweckentsprechender Weise ab.

Beispiel 2. Rohsulfitextrakt der im Beispiel 1 bezeichneten Qualität von etwa nur 25° Bé wird analog durch Zugabe von etwa 18,5% Schwefelsäure von 66° Bé in ein entsprechendes Fällbad verwandelt.

Nach einem älteren Verfahren (s. vorstehend) hat der Erfinder auch schon von Sulfitablauge als Fällbad Gebrauch gemacht unter Mitverwendung eines sauren Salzes. Nach dem vorliegenden Verfahren wird jeder Salzzusatz vermieden. Es wird auch von der Verwendung der sog. Natriumsulfitablauge abgesehen. Die dunkle Färbung der mit Ligninsulfosäure versetzten Schwefelsäurebäder verursacht bei dem Spinnen von Viskose keine erheblichen Schwierigkeiten. Gegebenenfalls kann man jedoch die Ablauge vorteilhaft mit an sich bekannten Mitteln entfärben oder aufhellen, oder man arbeitet mit belichteten Bädern und ähnlichen Hilfsmitteln.

Schließlich wurde gefunden, daß man die Wirksamkeit der Schwefelsäure-Lignosulfosäure-Fällbäder verstärken kann, wenn man schweflige Säure oder Verbindungen, die solche abspalten, zufügt. In dem letzteren Falle wendet man zweckmäßig nur Zimmertemperatur an. In allen übrigen Fällen ist mäßige Temperaturerhöhung des Fällbades auf etwa 45° C anwendbar, unter Umständen sogar vorteilhaft.

Bei dem vorliegenden Verfahren hat sich auch überraschenderweise ergeben, daß die lästige Geruchsentwicklung eingeschränkt, ja sogar fast völlig vermieden werden kann, wenn man die Fällbäder nur bei Zimmertemperatur benutzt.

Das Verfahren beschränkt sich auf die Zugabe solcher Sulfonsäuren zu der als Fällmittel dienenden Schwefelsäure, welche, wie die komplexe Ligninsulfosäure, aus den die Zellulose in den Pflanzenstoffen inkrustierenden Stoffen gewonnen werden.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Gebilden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man als Fällmittel anorganische Säuren ohne Salzzugabe in Mischung mit den Sulfosäuren der die Zellulose in den Vegetabilien inkrustierenden Stoffe benutzt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Zusatz zur Schwefelsäure Ligninsulfosäure benutzt, die aus Sulfitzelluloseablauge durch Fällung des Kalkes mit einer geeigneten Säure hergestellt ist.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Herstellung der zu verwendenden Ligninsulfosäure eine Sulfitzelluloseablauge benutzt, in welcher die in dieser enthaltenen Hexosen bereits vergoren sind.

4. Verfahren nach Anspruch 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Herstellung der Ligninsulfosäuren von einer vorkonzentrierten oder auch von einer teilweise oder ganz entfärbten Sulfitablauge ausgeht.

5. Verfahren nach Anspruch 1—4, dadurch gekennzeichnet, daß man der mit Ligninsulfosäuren versetzten Schwefelsäure nach Bedarf noch schweflige Säure oder Verbindungen, die solche abspalten, zufügt.

Nach Bouillon und Worms.

593. E. Bouillon und M. Worms, Bornemouth. Viskosefäden und -filme.

Brit. P. 162 759 vom 31. I. 1920; franz. P. 537 158 (Worms).

Ein Fällbad für Viskosefäden oder -bänder besteht aus Tonerdesulfat, Natriumsulfat und einer anorganischen Säure, wie Schwefelsäure, oder statt ihrer Thiosulfat oder Bisulfit.

Nach dem Zusatz

594. Brit. P. 167 076 vom 19. VII. 1920; franz. P. 24 944, Zus. z. franz. P. 537 158

wird das Tonerdesulfat durch Mangansulfat ersetzt. Das Bad besteht also aus Mangansulfat, Natriumsulfat und Schwefelsäure oder statt ihrer Natriumbisulfit oder -thiosulfat.

Nach Huttinger und Rittenhouse.

595. Ch. A. Huttinger, Lakewood, und Ed. Rittenhouse, Cleveland (The Acme Woolen-Cotton Mills Company, Cleveland). Verfahren zur Herstellung von Viskosefäden.

Ver. St. Amer. P. 1 367 603, angem. 3. XII. 1919, ert. 8. II. 1921.

Viskose wird in mehrfachen Fäden in ein Fällungsbad gepreßt, das eine wäßrige Lösung von Natriumbisulfat und Melasse enthält. Die entstehenden Fäden lassen sich verspinnen und geben einen weichen offenen Faden.

Nach Huttinger.

596. Ch. A. Huttinger, Lakewood, Ohio (The Acme Artificial Silk Company, Cleveland, Ohio.) Verfahren zur Herstellung glänzender Fäden usw.

Ver. St. Amer. P. 1 425 654 vom 15. VIII. 1922, angem. 12. VI. 1919.

Man sättigt Holzstoff mit Ätznatronlösung vom spez. Gew. 1,17, preßt ab, gibt Schwefelkohlenstoff zu der Alkalizellulose, dann Wasser, filtriert und spritzt die Lösung in ein Fällbad aus einem halbneutralen Sulfat, das keine freie Säure enthält und auf 21° C gehalten ist.

Nach Luft.

597. Dr. M. Luft, Cleveland, Ohio. Verfahren zur Herstellung von Kunststoffen, Fäden, Filmen u. dgl. aus Viskose.

D.R.P. 360 946 Kl. 39b vom 17. I. 1920 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 1 407 696.

Naphtensäuren oder ihre wasserlöslichen Salze beeinflussen, der Viskoselösung zugesetzt, sie überraschend günstig, indem sie die schwefelhaltigen Verunreinigungen und Nebenprodukte der Viskose binden, die Gleichmäßigkeit und Haltbarkeit der Lösungen verbessern und die Fällung oder Ausscheidung des Zellulosehydrats unabhängig von der Reifungsphase der angewandten Rohviskose einheitlich gestalten. Bekanntlich wirken Naphtensäuren auf Schwefel und Schwefelverbindungen so stark, daß sie Kautschuk devulkanisieren und bei der Regenerierung von Kautschuk benutzt werden können. Überraschend ist, daß Naphtensäuren in alkalischen Viskoselösungen auf Sulfide, Thiokarbonate und andere lästige schwefelhaltige Verunreinigungen schwefelbindend wirken, ohne das Zellulosexanthogenat zu verändern. Es tritt keine Koagulation der Viskose ein, die Lösungen bleiben homogen. Sie können unmittelbar verarbeitet, z. B. in sauren Salzbadern versponnen werden, wobei die mit dem Spinnfaden austretende Naphtensäure im Spinnbad frei wird und hier fortgesetzt auf die unter gewöhnlichen Bedingungen vorkommenden schädlichen Nebenprodukte einwirkt. Das nach dem Verfahren erhaltene Endprodukt ist glatt und einheitlich sowohl in Glanz und Weichheit wie auch in Festigkeit und Elastizität. Die angewandte Menge Naphtensäure richtet sich nach der zur Herstellung des Zellulosexanthogenats notwendigen Menge Schwefelkohlenstoff und beträgt etwa 5% davon.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kunststoffen, Fäden, Filmen u. dgl. aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man den Viskoselösungen Naphtensäuren oder deren Salze zusetzt und die Viskoselösungen in bekannter Weise verarbeitet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Naphtensäuren oder deren Salze während der Herstellung der Viskose zusetzt.

Nach Voss.

598. H. Voss, Mannheim. Verfahren zur Nachbehandlung künstlicher Fäden und anderer Zellulosegebilde aus Viskose oder anderen Zelluloseverbindungen.

D.R.P. 416 557 Kl. 29b vom 7. XI. 1922.

Die aus Viskose oder anderen Zelluloseverbindungen erhaltenen Zellulosegebilde bedürfen in vielen Fällen einer Nachbehandlung. Nach dem vorliegenden Verfahren erfolgt diese Nachbehandlung der gefällten Zellulosefäden, nachdem sie aus dem Fällbade gekommen sind, durch ein Bad aus (gegebenenfalls eingedickter und von Kalksalzen befreiter) Sulfitzellstoffablauge und Mineralsäuren, z. B. Schwefelsäure. Man kann auch Mischungen verschiedener Säuren benutzen. Man verwendet beispielsweise eine Mischung, welche im Liter enthält: 100—200 g eingedickte Sulfitzellstoffablauge und 50—100 g Schwefelsäure 66° Bé.

Die Sulfitablauge kann im eingedickten Zustande, nachdem sie vom überschüssigen Kalk befreit ist, verwendet werden. Die gefällten Zellulosefäden und andere Zellulosegebilde zeigen hohen Glanz und guten Griff und sind sehr beständig. Das Verfahren ist für alle gefällten Zellulosefäden verwendbar. Besonders ist es für Zellulosefäden geeignet, die mit einem Fällbade aus Sulfitzellstoffablauge und Ammoniumsalzen hergestellt sind. Das Nachbehandlungsbad wirkt im Gegensatz zu dem bisher üblichen weit milder und ruhiger; seine kolloidale Beschaffenheit bewirkt die Gewinnung eines glänzenden, gleichmäßigen, nicht blasigen Fadens, der wesentlich schwieriger aufgeweicht und gelöst wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Nachbehandlung künstlicher Fäden und anderer Zellulosegebilde aus Viskose oder anderen Zelluloseverbindungen, dadurch gekennzeichnet, daß ein Bad aus Sulfitzellstoffablauge und einer Mineralsäure, z. B. Schwefelsäure, verwendet wird.

Nach Courtaulds Ltd.

599. Courtaulds Ltd., London. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Bändern u. dgl. aus Zellulose.

D.R.P. 381 020 Kl. 29 b vom 13. IV. 1922 (Prior. England 29. IV. 1921); brit. P. 181 901; Ver. St. Amer. P. 1 446 301; franz. P. 549 333; schweiz. P. 98 761.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Fäden, Bändern u. dgl. aus Zellulose mittels in ein Fällbad eingeleiteter Viskose, zu deren Gewinnung Baumwolle irgendwelcher Art, lang- oder kurzfasrige, als Zellulosestoff benutzt worden ist. Bei der Herstellung von Fäden, Bändern u. dgl. aus Zellulose durch Einleiten von Viskose mittels enger Düsen in ein sauer reagierendes Fällbad, das z. B. Schwefelsäure und ein Sulfat mit oder ohne Glukose und Zinksalzzusatz enthält, zeigt sich im allgemeinen der Übelstand, namentlich beim Spinnen, daß oft der eine oder andere Faden reißt, und daß mehr oder weniger stark koagulierte, am Düsenmund sich bildende Viskosekügelchen mit dem Faden zur Aufwindvorrichtung gelangen. Dadurch erhält man einen ungleichmäßigen Faden, was unerwünscht ist.

Gemäß der Erfindung wird die Bruchgefahr und Bildung von Viskosekügelchen dadurch vermindert, daß man eine aus Baumwolle gewonnene Viskose benutzt, die einen oder mehrere, mit Bezug auf das Fällbad die Oberflächenspannung verringernde Zusatzstoffe, wie z. B. Oleate, Resinate u. dgl., in sehr geringer Menge, nicht mehr als etwa 0,1%, enthält. Dieser oder diese Zusatzstoffe werden nach Art und Menge so gewählt, daß sie weder eine Fällwirkung auf die Viskose, noch eine nachteilige oder schädliche Wirkung auf die fertigen Fäden, Bänder usw. ausüben, noch, wie dies etwa bei der Anwendung von Resinaten im Überschuß schon vorgeschlagen worden ist¹⁾, in das Endprodukt als Bestandteil übergehen. Sie können unmittelbar zu der fertigen Viskose oder zu einem oder mehreren der zu deren Herstellung dienenden Stoffe und zu einem der Zwischenprodukte hinzugefügt

¹⁾ Siehe S. 33. Vgl. ferner franz. P. 471 471, S. 534.

werden, obschon es vorzuziehen ist, die Alkalizellulose in Abwesenheit eines solchen Zusatzstoffes zuzubereiten. Oleate eignen sich sehr gut für den beabsichtigten Zweck, aber auch Resinate und Glykokollate lassen sich hierfür verwenden.

Beispiel. 2 Gwt. Natriumoleat werden in die Masse, aus der 10 000 Gwt. Viskose hergestellt werden, eingebracht, wobei das Natriumoleat vorzugsweise in Wasser gelöst oder aber ein verdünntes Alkali zur Lösung des Zellulosexanthates benutzt wird. Nachdem die Viskose in dieser Weise zubereitet worden ist und die gewünschte Reife erreicht hat, wird sie durch eine Düse mit mehreren Öffnungen in ein Fällbad eingeleitet, das Schwefelsäure, Natriumsulfat und Glykose mit einer geringen Menge eines Zinksalzes enthält.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Fäden, Bändern u. dgl. aus Zellulose mittels in ein Fällbad eingeleiteter Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man eine aus Baumwolle gewonnene Viskose benutzt, die einen oder mehrere, mit Bezug auf das Fällbad die Oberflächenspannung verringernde Zusatzstoffe, wie z. B. Oleate, Resinate u. dgl., in sehr geringer Menge enthält.

600. Courtaulds Ltd., London. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden u. dgl. aus Viskose.

D.R.P. 411 167 Kl. 29b vom 11. V. 1924 (Prior. England 5. VII. 1923); brit. P. 217 068; Ver. St. Amer. P. 1 538 689 (Ch. Fr. Cross); franz. P. 581 523.

In der brit. Patentschrift 8045¹⁹⁰⁶¹⁾ ist ausgeführt, daß bei der Herstellung von Kunstseide aus Viskose diese nach Durchgang durch ein Koagulierungsbad durch ein zweites Bad mit einem in Lösung befindlichen Alkalisilikat hindurchgeleitet werden kann, um die einzelnen Fadengebilde am Zusammenkleben zu verhindern. Diese Herstellungsmethode von Kunstseide hat jedoch in der Praxis nicht allgemein Eingang gefunden. Die Viskose wird heutzutage durchweg unmittelbar in einem sauren Bade gefällt.

Es wurde nun gefunden, daß bei der Herstellung von Kunstfäden u. dgl. aus Viskose eine wäßrige Lösung eines Alkalisilikates, besonders eines solchen vom sauren Typus, sehr wohl für die unmittelbare Fällung oder Koagulierung der Viskose benutzt werden kann. Z. B. erhält man beim Einleiten von Viskose, die in bekannter Weise zubereitet und gereift sein kann, durch feine Düsenöffnungen in einem Spritzstrahl in ein Fällbad, das ein Alkalisilikat, beispielsweise Natriumsilikat von hohem Kieselsäuregehalt im Verhältnis zum Natriumgehalt enthält, feine, gleichmäßige Fäden, die nach dem in üblicher oder geeigneter Weise vorzunehmenden Fixieren der üblichen Nach- und Fertigbehandlung unterzogen werden können und eine Kunstseide von hervorragender Güte darstellen.

Beispiel. Viskose, wie sie für die übliche Herstellung von Kunstseide nach der sauren Fällmethode zubereitet wird, wird in eine Lösung gespritzt, die 20 Gewichtsprozent Natriumsilikat von der Zusammensetzung $2 \text{Na}_2\text{O} + 7 \text{SiO}_2$ enthält und auf einer Temperatur von

¹⁾ Siehe S. 448.

40–50° erhalten wird. Dieses Bad hat, obschon es im gewöhnlichen Sinne als stark alkalisch bezeichnet werden kann, die Eigenschaft, die Viskose in fester Form zu koagulieren. Nach dem Fixieren des Fällgutes, z. B. mit 1% iger Schwefelsäure, und nach den üblichen Nachbehandlungen gewinnt man so einen glänzenden Faden von hervorragender Güte und vorzüglichen Eigenschaften.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden u. dgl. aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß die Fällung oder Koagulierung der Viskose mittels einer wäßrigen Lösung eines Alkalisilikates herbeigeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man für die Fällungslösung ein Alkalisilikat von hohem Kieselsäuregehalt im Verhältnis zum Alkalioxydgehalt verwendet.

601. Courtaulds Ltd., London. Verfahren zur Gewinnung von Lösungen der Stärke in Schwefelsäure.

D.R.P. 416 015 Kl. 12o vom 13. IV. 1922 (Prior. England 23. IV. 1921); brit. P. 181 198 (auch I. A. Lloyd); Ver. St. Amer. P. 1 455 630; schweiz. P. 98 298; franz. P. 549 408.

Wenn mäßig konzentrierte Schwefelsäure, z. B. von 60%, mit Stärke versetzt wird, wird die Stärke, wenn sie bei gewöhnlicher Zimmertemperatur zugefügt wird, gelatiniert; sie bildet Klumpen, die nicht oder nur unter großen Schwierigkeiten mit der Schwefelsäure zu einem gleichmäßigen Gemisch verarbeitet werden können. Verfäht man nach den Angaben in Liebigs Annalen, Bd. 55, S. 14–15, indem man kalte, stark konzentrierte Schwefelsäure allmählich mit Maisstärke unter Rühren versetzt, so erhält man mit geringen Mengen Stärke eine gelbe plastische Masse, die am Rührer festhaftet und mechanisches Rühren erschwert. Setzt man weitere Stärke hinzu, so färbt sich das Reaktionsgemisch dunkel, um schließlich bei einer bestimmten Menge Stärke fast schwarz zu werden, wobei der größte Teil der Stärke in einen schwarzen plastischen Klumpen übergeht, der mit kleinen Teilen unangegriffener weißer Stärke durchsetzt ist. Daß ein solches Produkt technisch, z. B. für Fällbäder bei der Viskoseverarbeitung, unbrauchbar ist, liegt auf der Hand.

Diese Schwierigkeiten werden gemäß der Erfindung dadurch überwunden, daß das allmähliche Einbringen der Stärke unter Rühren in vorher auf 35–75° erhitzte starke Schwefelsäure von 50–65%, jedenfalls nicht höherer Konzentration, erfolgt. Unter diesen Umständen löst sich die Stärke völlig und in kurzer Zeit, die zu einem guten Teil von der Temperatur der Schwefelsäure abhängt, auf. Arbeitet man bei 40°, so wird man die Stärke langsamer hinzufügen müssen, als z. B. bei 70°, wo sich die Stärke rascher löst. Auch die Schwefelsäurekonzentration muß den Temperaturen angepaßt werden, indem sie, um Zersetzungen zu verhindern, bei höheren Temperaturen entsprechend niedriger bemessen wird.

Das Verfahren läßt sich auf alle Arten Stärke, wie z. B. Maisstärke, Kartoffelstärke und selbst Bodenreis anwenden. Es ist nicht not-

wendig, die Stärke etwa in fein zerteiltem Zustand zu benutzen; beispielsweise kann auch Stärke in Form von Tapioka, wie sie im Handel vorkommt, verwendet werden.

Beispiel 1. 116 Gwt. 52%iger Schwefelsäure werden auf 40° erwärmt und allmählich und unter Rühren mit 56 Gwt. Maisstärke innerhalb etwa 3½ Stunden versetzt. Das Rühren wird bei derselben Temperatur während zweier weiteren Stunden fortgesetzt. Die Masse stellt sich dann als schwach gefärbte Lösung von beträchtlicher Beweglichkeit dar.

Beispiel 2. 116 Gwt. 52%iger Schwefelsäure werden auf 70° erhitzt und allmählich und unter Rühren mit 56 Gwt. Maisstärke innerhalb ungefähr 20 Minuten versetzt. Das Rühren wird während weiterer 10 Minuten fortgesetzt, worauf eine bewegliche Lösung entsteht, die jedoch viel dunkler gefärbt ist als die nach dem ersten Beispiel erhältliche.

Beispiel 3. 112 Gwt. 50%iger Schwefelsäure werden auf 57° erhitzt und allmählich und unter Rühren mit 56 Gwt. Kartoffelstärke innerhalb etwa 30 Minuten versetzt. Dann setzt man das Rühren bei derselben Temperatur ungefähr während weiterer 30 Minuten fort, worauf man eine schwach braune, bewegliche Flüssigkeit erhält.

Beispiel 4. Man erhitzt 64 Gwt. 52%iger Schwefelsäure auf ungefähr 50° und setzt dann allmählich und unter gutem Rühren 20 Gwt. Bodenreis zu, wobei man für dieses Zusetzen etwa 2¼ Stunden rechnet. Dann setzt man das Rühren bei derselben Temperatur während ungefähr 15 Stunden fort. Man erhält schließlich eine hellbraune, bewegliche Lösung.

Beispiel 5. Man vermischt 72 Gwt. 27%iger Schwefelsäure mit 168 Gwt. 77%iger Schwefelsäure, worauf die Temperatur der Mischung auf ungefähr 45° steigt. Dann fügt man zu dieser Schwefelsäuremenge im Verlaufe von ungefähr 30 Minuten unter gutem Rühren 106 Gwt. Tapioka zu. Man hält die Temperatur auf ungefähr 45°. Die Tapioka löst sich allmählich und bildet eine klare, homogene Lösung.

Die Produkte, welche sich nach diesem Verfahren herstellen lassen, eignen sich vorzüglich für Fallbäder bei der Viskoseverarbeitung.

Patentanspruch: Verfahren zur Gewinnung von Lösungen der Stärke in Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, daß die Stärke unter Rühren in vorher auf 35–75° erwärmte Schwefelsäure von 50–65% eingetragen wird.

602. Courtaulds Ltd., London. Verfahren zur Herstellung konzentrierter Lösungen von Stärke oder stärkehaltigen Stoffen in Schwefelsäure.

D.R.P. 416 670 Kl. 12o vom 13. IV. 1922 (Prior. England 23. IV. 1921); brit. P. 181 197 (auch W. H. Stokes); Ver. St. Amer. P. 1 455 679; franz. P. 549 279; schweiz. P. 98 297.

Wird Stärke oder ein stärkehaltiger Stoff nach den Angaben in Liebigs Annalen, Bd. 55, S. 14–15, behandelt, so entsteht ein Produkt,

das technisch, z. B. für Fällbäder bei der Viskoseverarbeitung, unbrauchbar ist. Zur Vermeidung dieser Schwierigkeit wird gemäß der Erfindung die Stärke oder der stärkehaltige Stoff in fein zerteiltem Zustand mit verdünnter, etwa 20–30% iger Schwefelsäure bei mäßiger Temperatur verrührt, worauf das Gemisch rasch und unter Rühren mit starker, wenigstens 70% iger Schwefelsäure in einer der Stärkemenge etwa entsprechenden Menge unter Vermeidung einer über 65° hinausgehenden Temperatursteigerung versetzt wird. Die Lösung verdickt sich zwar zuerst, wird aber nach kurzer Zeit wieder dünnflüssig und bildet bei fortgesetztem Rühren schließlich eine gleichmäßige Masse. Die konzentrierte Schwefelsäure wird so rasch zugesetzt, daß ein übermäßiges Verdicken der Masse, das weiteres Rühren unmöglich machen würde, vermieden wird. Wichtig ist, daß die Temperatur während des Zusetzens der konzentrierten Schwefelsäure nicht über 65° steigt, da sonst Verkohlungen eintreten würde.

Beispiel. 14 Gwt. pulverisierter Stärke oder eines pulverförmigen, stärkehaltigen Stoffes werden zu 15 Gwt. verdünnter Schwefelsäure von 28% zugesetzt; das Gemisch wird bei ungefähr 28–30° gut verrührt, wobei eine feine, teigartige Paste erhalten wird. In diese werden 14 Gwt. starker Schwefelsäure von 77% rasch, etwa innerhalb einer Minute oder weniger, einlaufen gelassen, während weiter gerührt und künstlich gekühlt wird, so daß die Temperatur 65° nicht übersteigt. Die ganze Masse wird zuerst dick, beginnt aber schon nach 2 oder 3 Minuten wieder dünnflüssig zu werden. Nachdem man das Rühren noch während einiger Stunden fortgesetzt hat, erhält man eine klare, gleichmäßige Flüssigkeit.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung konzentrierter Lösungen von Stärke oder stärkehaltigen Stoffen in Schwefelsäure, dadurch gekennzeichnet, daß man die Stärke in fein verteilterm Zustand mit verdünnter, etwa 20–30% iger Schwefelsäure, bei mäßiger Temperatur verrührt und die erhaltene Paste unter Rühren rasch mit konzentrierter, wenigstens 70% iger Schwefelsäure in einer der Stärkemenge etwa gleichen Menge unter Vermeidung einer über 65° hinausgehenden Temperatursteigerung zu einer gleichmäßigen Lösung verarbeitet.

Nach Courtaulds Ltd. und Callimachi.

603. Courtaulds Ltd. und M. T. Callimachi, London. Künstliche Fäden, Filme, Viskose.

Brit. P. 181 900 vom 23. IV. 1921; Ver. St. Amer. P. 1 449 380 vom 27. III. 1923; franz. P. 549 239 vom 22. III. 1922; schweiz. P. 99 009.

Eine Lösung von Stärke oder stärkeartigen Stoffen in einer großen Menge starker Schwefelsäure, bestehend aus Zwischenprodukten zwischen Stärke und Glykose, wird nach dem brit. P. 21405¹⁹⁰⁷ 1) im Fällbad für Viskosefäden usw. an Stelle von Glykose verwendet. Vorzugsweise wird der Feuchtigkeitsgehalt der Stärke auf 5% oder darunter herabgesetzt, und die getrocknete Stärke wird schnell und unter fort-

1) Siehe S. 450.

währendem Rühren in Säure eingetragen, die unter 0° abgekühlt ist, besonders auf - 5°. Ist eine homogene Mischung entstanden, so läßt man sie sich von selbst erwärmen, um die Lösung der Stärke zu vervollständigen. Vor dem Gebrauch wird mit Wasser verdünnt und Schwefelsäure, Natrium-, Ammonium- oder Magnesiumsulfat oder ein Zinksalz zugesetzt.

Nach Linkmeyer.

604. R. Linkmeyer, Salzuffen. Verfahren zur Herstellung von stark glänzenden Fäden mittels Zellulosexanthogenatlösungen.

D.R.P. 358 145 Kl. 29b vom 27. VII. 1919 (gelöscht).

Bei dem bekannten Auspressen von Zellulosexanthogenatlösungen in Säure erhält man nur Fäden mit mattem Seidenglanz. Es wurde gefunden, daß beim Auspressen in Säure, z. B. 20% iger Schwefelsäure, ein sehr starker Seidenglanz erzielt wird, wenn zwar das Auspressen der Fäden in diesem Schwefelsäurebade, die Aufwicklung aber in einem Ammoniumsalzbade erfolgt. Zweckmäßig läßt man den Körper, der die Fäden aufwickelt, in einem solchen Bade umlaufen. Eigentümlicherweise ist es nicht nötig, dieses Bad alkalisch zu halten, wie es beim Spinnen in Ammoniumsalzbädern erforderlich ist. Es genügt, wenn dieses Bad neutral oder schwach sauer gehalten werden kann. Dadurch, daß dieses Bad sauer gehalten werden kann, ohne den Glanz herabzudrücken, ist es möglich, Ammoniakverluste zu vermeiden. Das Ammoniumsalzbad kann auch dadurch dauernd benutzt werden, daß zu hoch ansteigender Säuregehalt, durch Überschleppen vom Faden aus dem Spinnbade herbeigeführt, mittels Alkalien oder Erdalkalien abgestumpft wird. Durch diese Möglichkeiten kann das Bad in fortlaufendem Kreislauf benutzt werden, ohne daß ein wesentlicher Verbrauch an Ammoniaksalzen eintritt. Es ist gleichgültig, ob die Zelluloselösungen, welche nach vorliegendem Verfahren versponnen werden, in dem Stadium C 6, also vollkommen frisch, oder in den darauffolgenden Stadien sich befinden. Empfehlenswert ist die Verarbeitung konzentrierter Zelluloselösungen, da sie einen ungemein starken Faden ergeben. Die Badlänge ist ebenfalls nicht von sehr großer Wichtigkeit, sie richtet sich nach der Konzentration der Zelluloselösungen. Z. B. kann bei einer 15% igen Spinnlösung der Faden ungefähr 1 m lang durch das Säurespinnbad geführt werden. Die Badlänge ist zweckmäßig so einzustellen, daß der Faden das Säurefällbad noch in der braunen, durchsichtigen Färbung, welche der Viskose eigen ist, verläßt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von stark glänzenden Fäden mittels Zellulosexanthogenatlösungen, dadurch gekennzeichnet, daß das Auspressen der Fäden in einem Säurebade, die Aufsammlung der Fäden hingegen in einem Ammoniumsalzbade vor sich geht.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Ammoniumsalzbad fortlaufend im Kreislauf

benutzt und zu hoch ansteigender Säuregehalt mittels Alkalien oder Erdalkalien abgestumpft wird und etwa dabei ausfallende Sulfate aus dem gesättigten Bade entfernt werden.

Vgl. schweiz. P. 94 422, S. 522.

605. R. Linkmeyer, Salzuflen. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus konzentrierten Zellulosexanthogenatlösungen.

D.R.P. 386 133 Kl. 29b vom 21. VI. 1919 (gelöscht).

Das Verspinnen konzentrierter Viskoselösungen hat sich als wichtiger Fortschritt in der Technik der Erzeugung von Kunstfäden erwiesen. Bisher hat man haltbare konzentrierte Lösungen von Zellulosexanthogenat nicht herstellen und nicht längere Zeit aufbewahren können, ohne daß die gelösten Xanthogenate durch Übergang in die sog. höhermolekularen Modifikationen in den Lösungen Ausscheidungen hervorriefen, oder daß die Viskosität sich soweit erhöhte, daß ein Verspinnen der konzentrierten Lösungen durch die feinen Öffnungen der Spindüsen nicht mehr möglich war.

In dem Werke: Schwalbe: Chemie der Zellulose, Berlin 1911, S. 334, letzter Absatz, wird zwar angegeben, daß Viskose bei Temperaturen unter 10° etwa 14 Tage lang haltbar ist. Diese Angabe ist indessen nur bedingt richtig. Die Konzentration der Lösung spielt mit Bezug auf die Haltbarkeit eine wesentliche Rolle; es wird in der angezogenen Literaturstelle auch nur gemeint sein, daß die Zellulose unter 10° etwa 14 Tage lang keine feste Ausscheidung zeigt. Damit ist aber die Verspinnbarkeit der Lösung noch keineswegs gesichert. Die Viskose kann dann schon so dick sein, daß diese durch die engen Öffnungen der Düsen nicht mehr gepreßt werden kann. Diese Angabe hat also mit Bezug auf die Verspinnbarkeit der Viskose keine allgemeine Gültigkeit.

Bei dem vorliegenden Verfahren handelt es sich im wesentlichen darum, die Verspinnbarkeit der konzentrierten Viskose dadurch sicherzustellen, daß das sog. Reifen nach Möglichkeit verlangsamt oder verhindert wird. Es hat sich ergeben, daß man diese Reifung der Zellulosexanthogenate in konzentrierter Lösung, die bei den üblichen Verfahren schon während der Herstellung der Lösung ihren Anfang nimmt und auch bei Temperaturen von etwa 10° fortschreitet, verhindern oder soweit hintanhaltan kann, daß man auch konzentrierte Lösungen mit erheblich höherem Gehalt an Xanthogenat als gewöhnlich spinnfähig erhält. Das erreicht man dadurch, daß man sowohl bei der Bildung des Xanthogenats die Temperaturen niedrig hält, als auch bei der Bildung der Natronzellulose. Auch bei der Bildung der Natronzellulose arbeitet man am besten nicht über -10° und bei Bildung des Xanthogenats nicht über $+5^{\circ}$. Die fertigen Lösungen werden bei dieser Temperatur oder darunter aufbewahrt. Um bei der Bildung des Zellulosexanthogenats die Erwärmung nach Möglichkeit zu vermeiden, mischt man die unter $+10^{\circ}$ hergestellte Natriumverbindung mit Schwefelkohlenstoff in den erforderlichen Verhältnissen in einem um seine Längsachse sich drehenden Gefäße, das man von außen kühlt.

Man kann dem Gemisch eine grobkörnige oder kugelförmige, von den angewandten Chemikalien nicht angreifbare Masse, um die Reaktionswärme aufzunehmen, hinzufügen. Nach Beendigung der Xanthogenatbildung bringt man das Xanthogenat mit der berechneten Menge Wasser und verdünnter Natronlauge bei etwa $+5^{\circ}$ in Lösung, um eine 10- bis 15 %ige Viskose zu erhalten, und trennt gegebenenfalls von dem grobkörnigen Stoff durch Dekantieren. Die so erhaltene konzentrierte Viskose, die das Xanthogenat in seiner einfachen Form, d. h. also eine Verbindung enthält, in der auf C6 eine Gruppe OCS — SNa kommt, wird durch dauerndes Kühlen auf einer Temperatur von 5° oder darunter erhalten, sofort oder nach 1—2 Tagen filtriert und bis zum Verbrauch kalt gehalten. Solche konzentrierte Lösungen ergeben beim Verspinnen in einfachen Säurebädern Fäden von gutem Glanz und großer Zugfestigkeit.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Fäden aus konzentrierten Zellulosexanthogenatlösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösung bei niedriger, etwa $+5^{\circ}$ nicht wesentlich übersteigender Temperatur hergestellt und bis zum Verspinnen gehalten wird.

Nach Technochemia Aktiengesellschaft.

606. Technochemia Aktiengesellschaft, Glarus (Schweiz). Verfahren zur Herstellung von stark glänzenden Fäden aus Viskose. Schweiz. P. 94 422 vom 16. VIII. 1920; brit. P. 171 776; franz. P. 522 802; österr. P. 93 304.

Die Herstellung von stark glänzenden Fäden aus Zellulosexanthogenatlösungen ist auf mannigfache Weise angestrebt worden, unter anderem auch durch Einpressen der Fäden in verdünnte Schwefelsäure. Hierbei erreicht man aber nur einen matten Seidenglanz. Es wurde nun gefunden, daß man zu stark glänzenden Fäden gelangt, wenn man wie folgt verfährt:

Die in einem Schwefelsäurebad wie üblich gesponnenen Fäden werden sofort, d. h. solange sie noch die der Viskose eigene braune Färbung aufweisen, in einem zweiten Bad, welches 15—35% Ammonsulfat enthält, nachbehandelt. Das Ammonsulfatbad, welches durch den aus dem sauren Spinnbad kommenden wasserhaltigen Faden leicht sauer und verdünnt wird, wird durch ständige Zugabe entsprechender Mengen von Ammoniak annähernd neutral gehalten. Man erspart damit auch die Zugabe von weiterem Ammonsulfat, indem die Konzentration des Bades sich von selbst wieder einstellt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung stark glänzender Fäden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man die zuerst in einem Schwefelsäurebad gesponnenen Fäden, solange sie noch die der Viskose eigene braune Färbung aufweisen, in einem 15—35% Ammonsulfat enthaltenden Bade, das durch ständige Zugabe von Ammoniak annähernd neutral gehalten wird, nachbehandelt.

Vgl. hierzu D.R.P. 358 145, S. 520.

607. Technochemia Aktiengesellschaft, Schweiz. Verfahren zur Herstellung von Viskosefäden.

Franz. P. 543 887 vom 24. XI. 1921; schweiz. P. 100 679.

Sulfitzellstoff, Natronzellstoff, entfettete und gebleichte Baumwolle oder mittels anderer Stoffe hergestellte, zweckmäßig mit schwachen Säuren behandelte Zellulose wird bei niederer Temperatur mit möglichst geringen Mengen Alkali und Schwefelkohlenstoff in Xanthogenat übergeführt. Die aus ihm erhaltenen Lösungen werden bis zum Verspinnen in den gewöhnlichen Fällbädern auf niederer Temperatur gehalten.

Nach Snia Viscosa.

608. Snia, Soc. di Navigazione Industria e Commercio Reparto Viscosa, Turin. Künstliche Fäden, Filme, Viskose.

Franz. P. 549 603 vom 31. III. 1922; brit. P. 178 121 vom 6. IV. 1922 (Prior. Ital. vom 7. IV. 1921); schweiz. P. 101 362; österr. P. 95 769.

Es werden Fällbäder verwendet, in denen die organischen Nebenprodukte, die sich bei der Fällung bilden, sich angesammelt haben. Die Bäder werden aus dem Apparat entfernt, konzentriert, gekühlt, um die Mineralsalze, wie schwefelsaures oder ameisensaures Natron, zu entfernen, und dann dem Apparat wieder zugeführt.

Nach Schülke.

609. E. Schülke, Künstliche Fäden, Häutchen od. dgl.

Franz. P. 549 713 vom 4. IV. 1922; schweiz. P. 101 361.

Man läßt gereifte oder nur wenig gereifte Viskose in ein Bad austreten, das aus schwach angesäuerten Alkalichlorid- und Chlormagnesium-, Chlorkalzium- oder ähnlichen Lösungen besteht.

Nach Gustafson.

610. P. A. Gustafson, Borås. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Filmen usw. aus Viskose.

Schwed. P. 49 623 vom 16. VIII. 1919.

Als Fällbad wird Meerwasser verwendet, das mit einer geringen Menge anorganischer oder organischer Säure versetzt und auf ein spez. Gew. von 1,115—1,263 eingedampft sein kann. Das Bad wirkt durch seinen Gehalt an Chloriden und Sulfaten von Kalium, Natrium und Magnesium.

Nach Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning.

611. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. Verfahren zur Herstellung gefärbter Fäden aus Viskoselösungen.

D.R.P. 360 001 Kl. 29b vom 4. II. 1921.

Das Verfahren besteht darin, daß leichtlösliche Salze von Leukoverbindungen, nämlich der Schwefelfarbstoff- und Küpenfarbstoffreihe der Viskoselösung einverleibt werden, und daß dann die Viskoselösung

in der gewöhnlichen Weise auf Fäden verarbeitet wird. Hierbei, d. h. beim Ausfällen, Spinnen usw., können die bekannten Verfahren Anwendung finden, auch können Erschwerungsverfahren, z. B. mit Metallsalzen usw., hiermit kombiniert werden. Es hat sich ergeben, daß die schwefelalkalischen Lösungen von Schwefelfarbstoffen hierfür weniger geeignet sind, weil sie eine Fällung innerhalb der Viskoselösung bewirken, daß vielmehr stark reduzierte Schwefelfarbstoffleukosalze, z. B. solche, wie sie mittels Glykose und Alkali oder mittels anderer organischer Reduktionsmittel und Alkali bei der Einwirkung auf Schwefelfarbstoffe erhalten werden, sich hierfür eignen. Mittels dieser Produkte lassen sich klare Viskoselösungen erhalten, denen die Leukoverbindung einverleibt ist. Man erhält bei weiterer Verarbeitung völlig gleichmäßig durch und durch gefärbte Fäden von höherem oder geringerem Glanz, je nach der Arbeitsweise, indem sich die Leukoverbindung innerhalb der Zellulose oxydiert. Auf diese Weise findet eine völlig gleichmäßige Durchfärbung statt. Das Verfahren ist nicht nur bei Leukoschwefelfarbstoffen durchführbar, sondern auch auf die bekanntlich leicht löslichen Leukosalze der Küpenfarbstoffe, wie Indigo, Helindonfarben usw., übertragbar.

Beispiel. 100 T. Baumwolle oder Zellulose werden in der üblichen Weise mit 18% iger Natronlauge vorbehandelt und durch Schwefelkohlenstoff und Natronlauge in Viskose übergeführt. Die sonst gebräuchliche Verdünnung mit Wasser wird mit der Farbstoffeinverleibung verbunden. Zu diesem Zwecke werden 10 T. eines aus Schwefelschwarzpaste und Glykose und Alkali durch Eindampfen zur Trockne erhaltenen Produktes mit 65% Farbstoffgehalt in 1000 T. Wasser gelöst; dieser Lösung wird die Viskose und außerdem noch so viel Wasser zugesetzt, daß z. B. eine 6,6% Zellulose enthaltende Viskoselösung entsteht. Das Ausfällen geschieht durch Natriumbisulfatlösung und Schwefelsäure. Die anfänglich nur leicht gefärbten Fäden werden in bekannter Weise nachbehandelt, z. B. in der üblichen Weise mit Schwefelalkalien usw., und weisen schließlich einen tiefschwarzen Ton auf. Hierbei können Imprägnierverfahren sowohl innerhalb der Viskoselösung als auch bei den Fäden Verwendung finden, welche darauf abzielen, der Faser größere Elastizität, Wasserechtheit usw. zu verleihen. Dasselbe trifft auch für die Beschwerungsverfahren zu.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung gefärbter Fäden aus Viskoselösungen, darin bestehend, daß man den Viskoselösungen Farbstoffe, welche leicht alkalilösliche Leukoformen bilden, in Form dieser löslichen Leukoverbindungen zusetzt und derartige Viskoselösungen in üblicher Weise ohne oder mit Anwendung der Imprägnier- oder Beschwerungsverfahren verarbeitet.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch die Verwendung von Schwefelfarbstoffleukoverbindungen, wie sie durch Reduktion mit Glykose oder anderen organisch reduzierend wirkenden Mitteln und Alkalien erhalten werden.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch die Verwendung leicht löslicher Küpenfarbstoffleuko-

salze, wie sie mittels Glykose oder anderer organisch reduzierend wirkender Mittel oder mittels Hydrosulfite usw. erhalten werden.

612. Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning, Höchst a. M. Verfahren zur Herstellung geschmeidiger Kunstfäden.

D.R.P. 368 045 Kl. 29 b vom 20. IV. 1920, Zus. z. D.R.P. 366 155. Längste Dauer 15. XII. 1934.

Geschmeidige Kunstfäden können erhalten werden, wenn man Viskose mit Äthylenthiohydrin oder dessen Estern versetzt und in Fällflüssigkeiten einspritzt. Weniger vorteilhaft ist es, das Thiohydrin nicht der Viskose, sondern den Fällbädern zuzusetzen. Man gibt z. B. zu 100 T. Viskose 5–10 T. Äthylenthiohydrin und verarbeitet die erhaltene Lösung in üblicher Weise auf Fäden durch Einspritzen in Fällbäder. Je nachdem man mehr oder weniger geschmeidige Fäden erzielen will, kann die Menge des Thiohydrins in weiten Grenzen schwanken.

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens des P. 366 115, gekennzeichnet durch den Zusatz von Äthylenthiohydrin oder dessen Estern zu Viskose oder sonstigem Material für Kunstfäden oder zu den entsprechenden Fällbädern.

Nach Fabrique de Soie Artificielle de Tubize, Soc. Anon.

613. Fabrique de Soie Artificielle de Tubize, Soc. Anon., Brüssel. Künstliche Seide.

Brit. P. 192 088 vom 19. I. 1923; franz. P. 561 073 (Prior. Deutschl. 21. I. 1922); schweiz. P. 103 412; österr. P. 101 836.

Ein Fällbad zum Spinnen von Viskoseseide besteht aus einer Lösung von Natrium- und Ammoniumformiat. Die Lösung des Ammoniumformiat ist so konzentriert, daß das freie Ätznatron der Viskose neutralisiert wird, die des Natriumformiat so konzentriert, daß Koagulation eintritt. Geeignete Konzentrationen sind 13–15% Ammoniumformiat und 13–18% Natriumformiat. Mit diesen Bädern lassen sich die Fäden zu äußerster Feinheit strecken; der Faden ist sehr elastisch und von hohem Glanz.

Nach Société Allègre, Mondon et Cie.

614. Société Allègre, Mondon et Cie., Drôme, Frankr. Zellulosemassen.

Franz. P. 550 142 vom 19. VIII. 1921.

Man vermischt 100 kg Zellstoff mit 20–40 kg Schwefelkohlenstoff und verdünnter Natronlauge; zu dem gebildeten Xanthogenat setzt man 3% des Natronsalzes der Rizinusölsulfosäure oder einer anderen Fettsäure zu. Hierdurch wird die Koagulation begünstigt und die Weichheit und Elastizität der aus der Viskose hergestellten Fäden usw. erhöht.

Vgl. hierzu D.R.P. 381 020, S. 515.

Nach dem

615. Zusatz-P. 25 779 vom 2. IX. 1921

lassen sich die nach dem Hauptpatent erhaltenen Fäden auch im Stück sehr gleichmäßig färben.

615. Société Allègre, Mondon et Cie., Fällbad für die Herstellung von Viskosefäden.

Franz. P. 557 087 vom 27. I. 1922.

Als Fällbad dient ein wäßriges Gemisch von Salzsäure und Schwefelsäure, dem Glaubersalz und gegebenenfalls Ammoniumsulfat zugesetzt ist.

Nach Köln-Rottweil Akt.-Ges.

616. Köln-Rottweil Akt.-Ges., Berlin. Verfahren zur Herstellung von Fäden und anderen Artikeln aus Zellulosexanthogenat. Brit. P. 198 654 vom 16. IV. 1923 (Prior. vom 1. VI. 1922); franz. P. 564 931.

Das Spinnbad aus anorganischen oder organischen Säuren für das Verspinnen von Viskose wird unter 18° gehalten. Durch solche Kühlung wird der übliche Zusatz größerer Mengen Salze oder organischer Stoffe unnötig. Es wird z. B. ungereifte Viskose aus ungereifter Alkalizellulose in ein Bad aus 15% iger Schwefelsäure gesponnen, welches nur 5% Natriumsulfat enthält und auf 4° gehalten ist. Auf der Spule findet vollkommene Umwandlung des Fadens durch das mitgeführte Spinnbad statt.

Nach Società Seta Artificiale di Padova.

617. Società Seta Artificiale di Padova. Verfahren zur Behandlung künstlicher Fasern, die durch Koagulation von Zelluloselösungen erhalten sind.

Franz. P. 566 684 vom 25. V. 1923; brit. P. 198 673 (Prior. Ital. 2. VI. 1922¹⁾).

Die bisher einzeln ausgeführten Maßnahmen werden zu einer kontinuierlichen Arbeitsweise vereinigt. Der von der Spule, auf die er gesponnen ist, ablaufende Faden wird durch ein Wasserbad geführt und von den anhängenden Chemikalien befreit oder durch ein Entschwefelungsbad, dann geht er über eine erhitzte zylindrische Fläche und danach zur Spule. Zwischen den beiden Spulen wird der Faden gezwirnt.

Nach Kohorn und Perl.

618. O. Kohorn & Co. und Dr. A. Perl, Chemnitz. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Filmen, Bändern und ähnlichen Gebilden aus Zellulosexanthogenatlösungen.

D.R.P. 391 159 Kl. 29b vom 26. XI. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 488 281; franz. P. 577 063.

Es werden Fällbäder benutzt, die nur aus Schwefelsäure und d-Mannose bestehen, wobei die bislang gebräuchlichen, nachteiligen Mineralsalze durch eine entsprechend große Menge dieses Stoffes ersetzt werden. Dadurch, daß man den Schwefelsäurebädern einen hohen Prozentsatz an d-Mannose zufügt, wird die Herstellung weicher, glänzender und elastischer Fäden, Filme usw. ermöglicht, wobei als besonders billige Quelle von d-Mannose Steinnußschalen und die Schalen ähnlicher Früchte, wie Korobben und andere, bekannt sind. Wenn man Steinnußabfälle, wie sie in großen Mengen aus der Knopfabrikation

¹⁾ Vgl. hierzu das kontinuierliche Verfahren nach D.R.P. 235 134, S. 188.

zu erhalten sind, fein zerraspelt und unter geeigneten Bedingungen mit Mineral- oder anderen Säuren verzuckert und die erhaltene Lösung, in der nur wenige Gewichtsprocente der angewendeten Steinnußmenge suspendiert sind, filtriert und entsprechend verdünnt, so erhält man ein Fällbad, welches vorgesagte schöne Erzeugnisse liefert. Diese 60—80% d-Mannose enthaltende Lösung kann entweder durch Zusatz von Säuren in ihrer Acidität verstärkt oder durch Versetzen mit Basen in ihrer Acidität geschwächt werden.

Es werden z. B. 50 Gwt. Steinnußspäne mit der zweifachen Menge mäßig verdünnter Schwefelsäure unter geeigneten Verhältnissen verzuckert. Die so erhaltene Lösung wird von festen Bestandteilen filtriert und dahin verdünnt, daß die Lösung 10—30% d-Mannose und diejenige Säuremenge enthält, welche dem Reifezustande der Viskose entsprechen.

Patentansprüche: 1. Fällbad zur Herstellung von künstlichen Fäden, Filmen, Bändern und ähnlichen Gebilden aus Zellulosexanthogenatlösungen, bestehend aus d-Mannoselösungen, wie sie z. B. durch feine Zerraspelung und in bekannter Weise mit Mineral- oder anderen geeigneten Säuren erfolgende Verzuckerung von Steinnußschalen oder Schalen ähnlicher Früchte, z. B. Korobben, nach Filtrieren und entsprechender Verdünnung des Produktes unter Abstumpfung der Verzuckerungssäure gewonnen werden.

2. Fällbad nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die d-Mannoselösungen noch freie Säuren enthalten und die Verzuckerungssäure teilweise abgestumpft wird.

Nach Dreaper.

619. W. P. Dreaper, London. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosexanthogenat.

Brit. P. 215 028 vom 4. XI. 1922; schweiz. P. 106 179.

Kunstseide von niedrigem Denier wird erhalten durch Spinnen von Viskose in ein saures Salzbad, welches 1—8% Ammoniumsulfat oder anderes Ammonsalz enthält. Man kann so mit größerer Abzugsgeschwindigkeit arbeiten. Ein geeignetes Bad enthält 20% Natriumsulfat, 7—14% Schwefelsäure und 1—8%, vorzugsweise 6%, Ammoniumsulfat; das Natriumsulfat kann teilweise oder ganz durch Kalium- oder Magnesiumsulfat ersetzt werden. Nach dem Verlassen des Fällbades werden die Fäden, vorzugsweise in dem als Fadenführer dienenden Trichter, mit demselben Bad oder einem anderen oder mit Wasser behandelt. Sie gelangen dann zu der Spinnzentrifuge oder werden in anderer Weise in Garnform angesammelt. Aus den Waschwässern wird das Ammoniumsulfat wiedergewonnen.

620. W. P. Dreaper, London. Verbesserungen bei der Herstellung künstlicher Seide u. dgl. aus Viskoselösungen.

Brit. P. 239 254 vom 2. V. 1924.

Fäden von 5—2 Deniers und darunter von vorteilhaften physikalischen Eigenschaften werden dadurch erhalten, daß einem sauren

Salzbade 4—10% Zinksalz zugesetzt werden. Das Bad enthält Natriumsulfat und etwas anderes Sulfat, z. B. Magnesiumsulfat, und zwar 18—32%; der gesamte Salzgehalt soll unter 32% liegen. Der Gehalt an Schwefelsäure beträgt zwischen 9 und 14%. Ein Bad verhältnismäßig niedriger Konzentration wird vorteilhaft bei 40—45° angewendet.

Nach Neumann.

621. G. Neumann, Berlin-Halensee. Verfahren zur Herstellung besonders gut zu färbender Erzeugnisse aus Viskose.

D.R.P. 397 012 Kl. 29b vom 28. X. 1921 (gelöscht).

Viele Farbstoffe, die auf tierischen Fasern unmittelbar fixiert werden können, bleiben auf Kunstfäden oder Kunstfasern nicht haften. Will man dennoch solche Farbstoffe anwenden, so muß der zu färbende Gegenstand mit einem Fixierungsmittel, einer Beize, behandelt werden. Solche Beizen sind gewöhnlich Salze schwacher Basen, wie Aluminiumacetat usw., aber auch andere Stoffe, wie Tannin u. dgl., kommen zur Verwendung. Die zu färbenden Fäden oder Fasern werden in die Beizflüssigkeit getaucht und dann gedämpft.

Es hat sich nun gezeigt, daß besonders kräftige und deckende Färbungen erzielt werden können, wenn solche als Beizen in Betracht kommenden Stoffe in alkalilöslicher Form schon der Viskose zugegeben werden, dabei ist es gleichgültig, ob auch der Farbstoff der Viskose selbst schon zugesetzt oder das Färben am fertigen Erzeugnis ausgeführt wird.

Beispiel. Ein Xanthogenat wird in einer Löselauge mit einem Zusatz von 10% Tanninalbumin gelöst. Die Viskose wird dann in an sich bekannter Weise versponnen und nachbehandelt. Bei dem Färben des fertigen Fasermaterials, insbesondere auch bei Verwendung von basischen Farbstoffen, zeigt sich ein wesentlich höheres Anfärbevermögen als ohne Zusatz von Tannin. Statt Tannin kann auch jedes andere Beizmaterial Verwendung finden, z. B. Zinnsalz und andere alkalilösliche, als Beize verwendbare Stoffe.

Patentsanspruch: Verfahren zur Herstellung besonders gut zu färbender Erzeugnisse aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man der Viskose solche in Alkali löslichen Beizen, wie Aluminiumacetat od. dgl., zusetzt, die bei der Koagulation in dem Erzeugnis in feiner Form zur Abscheidung kommen.

Nach Stafa Aktiengesellschaft.

622. Stafa Aktiengesellschaft, Eisenach. Verfahren zur Gewinnung von Zellulosegebilden, insbesondere Fäden und Filmen aus Viskose.

D.R.P. 400 185 Kl. 29b vom 5. XII. 1919.

Die Fäll- oder Gerinnungsbäder für Viskose mit Salzen und Schwefelsäure haben den Nachteil, daß ein Zusammenkleben der Fäden eintritt. Dies ist besonders lästig, seitdem man zum Verspritzen der Viskose Düsen mit zahlreichen, sehr feinen Öffnungen benutzt. Um ein Zu-

sammenkleben der Fäden untereinander zu verhindern, haben verschiedene Erfinder den Bädern noch andere Stoffe, wie Glycerin, Glykose usw., zugesetzt (vgl. Fr. G. Beltzer, Neue Zelluloselösungen und ihre Anwendungen, Kunststoffe 1912, S. 225). —

Es hat sich herausgestellt, daß bei Zugabe von schwefligsauren Salzen zu freie Schwefelsäure enthaltenden Fällbädern durch Wechselwirkung des durch Zersetzung der Viskose mittels Schwefelsäure entstehenden Schwefelwasserstoffes und der schwefligen Säure sich auf den Fäden ein feiner Schwefelniederschlag bildet, der ein Zusammenkleben fast vollständig verhütet. Die Fädchen sind mit einer Schutzschicht von gefällttem Schwefel überzogen, so daß auch ein Reißen der zarten Einzelfädchen verhütet wird. Die schweflige Säure wirkt auf die Viskose zersetzend und reinigend ein, so daß man sehr feste und gleichzeitig gebleichte Zellulosefäden erhält. Von Bedeutung ist auch, daß bei Anwendung von freie Schwefelsäure enthaltenden Fällbädern entwickelte giftige Schwefelwasserstoff durch die schweflige Säure zerstört wird.

Zur Herstellung der neuen Fällbäder kann sowohl reine verdünnte Schwefelsäure als auch schwefelsaure Salze enthaltende Schwefelsäure verwendet werden. Die Fällbäder kann man herstellen, indem man z. B. in die verdünnte Schwefelsäure oder in die freie Schwefelsäure enthaltende Salzlösung Natriumbisulfitlösung einträgt und während des Einspritzens der Viskose in die Fällbadflüssigkeit zur Erzielung einer gleichmäßigen Entwicklung von schwefliger Säure kleine Mengen Natriumbisulfitlösung zugibt, oder indem man durch eine mit kleinen Öffnungen versehene Bleiröhre fortlaufend geringe Mengen Natriumbisulfitlösung eintreten läßt. Den gewünschten Gehalt an schwefliger Säure kann man durch Kaliumpermanganatlösung genau einstellen und konstant erhalten. Als Salze sind alle löslichen schwefelsauren Salze geeignet. Man arbeitet am besten bei der Temperatur von 40–55°.

Beispiel. Ein sehr gutes Fällbad wird hergestellt, indem man zu einer Lösung von 2,5 kg Magnesiumsulfat in 2,5 kg Wasser 1 kg Schwefelsäure ($d = 1,80$ bei 15°) allmählich Natriumbisulfitlösung von 38° Bé langsam zufügt.

Das vorliegende Verfahren löst die Aufgabe, eine feste, gut füllende Faser in einer flotten und nicht zu teuren Arbeitsweise herzustellen. Die gewonnene Faser eignet sich mehr zur Stapelfaser für Massenverarbeitung als zur Verwendung als Hochglanzseide.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Gewinnung von Zellulosegebilden, insbesondere Fäden und Filmen aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Abscheidung der Zellulose durch verdünnte Schwefelsäure, die mit Natriumsulfit oder Natriumbisulfitlösung vermischt ist, oder zu der man während des Fällungsvorganges schweflige Säure oder eine Lösung eines schwefligsauren Salzes zutreten läßt, vornimmt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man verdünnte Schwefelsäure, in der ein schwefelsaures Salz gelöst ist, verwendet.

Nach van Bergen.

623. L. A. van Bergen, Teteringen, Holland. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Zellulosexanthogenatlösungen.

Brit. P. 211 140 vom 7. II. 1924; franz. P. 577 914 (Prior. Niederl. 7. II. 1923).

Das saure Fällbad enthält Salze ein- oder mehrwertiger Metalle, z. B. Natrium- und Magnesiumsulfat, in solchen Mengen, daß das Produkt in Lösungen von Salzen mehrwertiger Metalle unlöslich, aber noch nicht in Zellulosehydrat umgewandelt ist. Die weitere Umwandlung erfolgt in einem Fixierbade oder durch die von den Fäden mitgenommene Fällbadflüssigkeit. Ein geeignetes Fällbad enthält 7–7,5% Schwefelsäure, 7–7,5% Natriumsulfat und 30–35% Magnesiumsulfat. Statt Magnesiumsulfat können die Salze anderer mehrwertiger Metalle verwendet werden, z. B. die Salze der anderen Erdalkalimetalle oder die der Metalle der Schwefelammoniumgruppe. Zu dem Fällbad kann ein organischer Stoff, wie Glycerin, zugesetzt werden.

Nach dem

624. Brit. P. 216 125. vom 13. V. 1924 (Prior. 15. V. 1923)

werden zur Erzielung besonders elastischer Fäden Fällbäder verwendet aus Säuren und Salzen, die mehrwertige Kationen, wie Magnesium, enthalten und eine geringe Menge Zinksalz. Das Bad besteht z. B. aus 7,5% Schwefelsäure, 11% Natriumsalz, 8% Magnesiumsulfat und 0,5–1% Zinksulfat. Organische Stoffe, wie Glykose, können zugesetzt werden.

625. L. A. van Bergen. Verfahren zur Herstellung feiner Kunstseidefäden aus Viskose.

Franz. P. 584 869 vom 23. VIII. 1924 (Prior. Niederl. 24. VIII. 1923).

Bei der Herstellung feiner Kunstseidefäden aus Viskose regelte man bisher die Stoffzufuhr entsprechend der in der Zeiteinheit zu spinnenden Fadenmenge und erhöhte gleichzeitig die Säurekonzentration proportional der zu erzielenden Fadenfeinheit über ein bestimmtes Mindestmaß. Die Erhöhung der Säurekonzentration ermöglicht nur das Spinnen auf Spulenmaschinen, bei denen sich die Spule in einem Oberbad dreht, welches die schädliche Säure neutralisiert. Man war auch der Ansicht, daß Fäden unter 8 Deniers auf Zentrifugenspinnmaschinen sich nicht spinnen lassen, jedenfalls nicht ohne Schädigung der Eigenschaften der Fäden. Mit einer unter dem Mindestmaß liegenden Säurekonzentration ließ sich nicht spinnen, und ein stärkeres Ausziehen des Fadens oder geringere Zuführung von Viskose ohne größere Acidität ist nicht möglich.

Die Erfindung ermöglicht das Spinnen von niedrigeren Titern als 8 Deniers ohne nennenswerte Erhöhung der Acidität. Man erreicht das durch Zusatz geringer Mengen, z. B. $\frac{1}{2}\%$, von Salzen solcher Metalle zu den sauren Spinnbädern, deren Oxyde saure Eigen-

schaften haben, z. B. von Zink oder Aluminium. Als Beispiele werden genannt:

	6 Deniers	3 Deniers
Wasser und Schwefelsäure	6,6% H ₂ SO ₄	7,05% H ₂ SO ₄
Wasser, Schwefelsäure und 1% Zink- sulfat	4,45% H ₂ SO ₄	4,8% H ₂ SO ₄
Wasser, Schwefelsäure und 1% Alu- miniumsulfat	4,15% H ₂ SO ₄	5,05% H ₂ SO ₄

Mit einem Bade mit 7—7,2% Schwefelsäure und 13,3% Natriumsulfat kann man sehr gut Fäden von 6 Deniers spinnen, durch Herabsetzung der Viskosezufuhr kann man aber Fäden von 3 Deniers nicht spinnen. Das gelingt, wenn man z. B. 1/2% Zinksulfat zusetzt.

626. L. A. van Bergen. Fällbäder für Viskose.

Franz. P. 584 882 vom 25. VIII. 1924.

Den sauren Fällbädern werden weniger als 5% Aluminiumsulfat und etwa 8% von Magnesiumsulfat oder organischen, in der Patentschrift nicht näher bezeichneten Stoffen oder Mischungen von diesen mit Magnesiumsulfat zugesetzt. Das Aluminiumsulfat bewirkt Verbesserung der Festigkeit der gewonnenen Fäden, Bänder usw. Die ungünstige Eigenschaft des Aluminiumsulfats, die Fäden gelblich zu färben und sie hart und spröde zu machen, wird durch die Mitverwendung des Magnesiumsulfats und der organischen Stoffe beseitigt.

Nach Spinnstoff-Fabrik Zehlendorf G. m. b. H.

627. Spinnstoff-Fabrik Zehlendorf G. m. b. H., Berlin-Lichterfelde. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide, Kunsthaar, Filmen usw. aus Viskose.

Schweiz. P. 110 258 vom 9. VII. 1924.

Es werden saure, besonders schwefelsaure Fällbäder verwendet, denen Salze drei- und höherwertiger Metalle, z. B. Aluminiumsulfat, zugesetzt sind.

Nach Moriondi.

628. C. Moriondi. Viskoseseide.

Brit. P. 215 851 vom 21. II. 1923; franz. P. 579 319 vom 26. III. 1924.

Zur Erzeugung von Spinnbädern aus Schwefelsäure oder sauren Sulfaten in besonders geeigneten Verhältnissen wird in dem Bade selbst oder einem geeigneten Vorratsbehälter, der mit dem Fällbad in Verbindung steht, Elektrolyse vorgenommen. Das dabei gebildete Ätznatron wird abgezogen, die freie Säure wird zur Bereitung des Bades verwendet. Die durch das Alkali der Viskose gebildeten Salze werden immer wieder zersetzt. Zur Ausführung des Verfahrens wird ein Eisengefäß mit Ebonitbelag benutzt. In einer besonderen Kammer befindet sich die Kathode, aus dieser Kammer wird das Ätzalkali abgezogen. In einer daneben liegenden Kammer, die durch ein poröses Ebonitdiaphragma von der ersten abgetrennt ist, befindet sich die Anode aus Platin- oder Platin-Iridiumgeflecht oder aus Bleisuperoxyd. Um

eine Diffusion des an der Anode entwickelten Gases in das Fällbad zu verhindern, wird die Anode in einer besonderen Kammer angeordnet, die von dem Fällbad durch ein poröses Diaphragma abgetrennt ist und unterhalb der Anode Löcher hat. Wasserstoff und Sauerstoff werden an der Kathode und Anode gesammelt. (Zeichnung.)

Nach Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation.

629. Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosexanthogenatlösungen.

Brit. P. 220 934 vom 11. VII. 1924 (Prior. 20. VIII. 1923); franz. P. 582 618.

Es wird zur Herstellung von Viskoseseide eine Viskose versponnen, die weniger Zellulose enthält als die normale, aber eine normale Viskosität hat. Solche hochviskosen Viskoselösungen werden erhalten durch Verwendung von Alkalizellulose, die kürzer gereift ist oder bei niedrigerer Temperatur oder durch beides. Abzugsgeschwindigkeit und Viskosezufuhr sind wie üblich.

630. Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin-Treptow. Verfahren zur Herstellung von Gebilden aus Viskose.

D.R.P. 405 601 Kl. 29 b vom 23. VIII. 1923; brit. P. 220 935; schweiz. P. 109 866; franz. P. 583 255; Ver. St. Amer. P. 1 550 360 (J. Huber u. P. Eckert, Dessau); österr. P. 101 957.

Es ist bekannt, die Viskose oder den trockenen Zellstoff mit schleimigen Extrakten pflanzlicher Herkunft zu versetzen. In der französischen Patentschrift 361 319¹⁾ wird außerdem ein Verfahren beschrieben, bei dem der fertigen Viskose Alkalisilikate zugesetzt werden. Es soll hierdurch das Zusammenkleben der Fäden verhindert werden. Wie gefunden wurde, hat der Zusatz anorganisch-kolloidaler Systeme zur Löselauge für das Xanthogenat eine ganz andere Wirkung, als wenn die gleiche Zugabe für Viskose erfolgte. Die aus solchen Mischungen zu erspinnenden Fadengebilde zeigen besonders gute physikalische Eigenschaften. Der Molekularverband der Koagulate aus derartigen Mischungen wird offenbar besonders innig, so daß die erzeugten Gebilde, wie Fäden, Bänder, Filme, künstliches Roßhaar usw., eine gewisse Starrheit erlangen, die z. B. besonders beim künstlichen Roßhaar und beim künstlichen Hanf so erwünscht sind. Die inkrustierten Gebilde werden sich u. a. für manche Sonderzwecke besonders eignen, wie für Kunstfäden zur Herstellung von Glühstrümpfen.

Beispiel. Man setzt der zum Lösen des Xanthogenats bestimmten Lauge 3% technische Natriumsilikatlösung zu. Die weitere Verarbeitung geschieht unter den üblichen Bedingungen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Gebilden aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man der Löselauge für das Xanthogenat wäßrige Lösungen von Alkalisilikaten zufügt und die Lösung in üblicher Weise verspinnt.

¹⁾ Siehe S. 448.

631. Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin. Verfahren zur Herstellung feinfädiger Viskoseseide mit besonders weichem Griff, großer Weichheit und ausgezeichneten physikalischen Eigenschaften.

Franz. P. 583 014 vom 20. VI. 1924; schweiz. P. 110 077 (Prior. Deutschl. 8. VIII. 1923); Ver. St. Amer. P. 1 550 361 (J. Huber und P. Eckert, Dessau).

Neue Wirkungen lassen sich dadurch erzielen, daß man Emulsoide pflanzlicher Herkunft, z. B. Agar-Agar, *Cetraria islandica*, Samen psyllii, *Laminaria*, Salep u. dgl., der zum Lösen des Xanthogenats dienenden Lauge zusetzt. Diese Wirkung, die in einem besonders weichen Griff, hoher Geschmeidigkeit und in guten physikalischen Eigenschaften (Bruchbelastung, Dehnbarkeit) zum Ausdruck kommt, ist verschieden von der, die durch Zusatz von Pflanzenschleimen zur Viskose erzielt wird. Der Grund hierfür ist folgender: Die Pflanzenschleime sind im allgemeinen negative Kolloide, die unter dem Einfluß eines elektrischen Spannungsgefälles zur Anode wandern und dort ausflocken. Bekanntlich findet durch Zuführung gleichnamiger Ladungen eine Veränderung des Zerteilungsgrades solcher kolloidaler Systeme statt. Durch Zusatz der Pflanzenschleime zur Löselauge wird eine Erhöhung des Dispersitätsgrades erzielt. Wird nun das Xanthogenat zu einem solchen hochdispersen System gegeben, so ergibt sich nach vollendeter Lösung eine homogene Mischung des hochdispersen Pflanzenschleims und des Viskosekolloids. Eine Vermischung von Pflanzenschleim und Viskose hingegen kann nur zu ungenügenden und ungleichmäßigen Zerteilungen führen, wofür Entmischungserscheinungen bei längerem Stehen solcher Systeme sprechen, ebenso wie naturgemäße Inhomogenitäten beim Spinnen zu beobachten sind.

Am besten werden Pflanzenschleime als wässriges Extrakt der entsprechenden Rohprodukte der Löselauge des Xanthogenats zugesetzt. Verwendet werden vorteilhaft Extrakte von 1,3—1,5%; von dieser Lösung können 2—4 Gewichtsteile, bezogen auf Viskose, der Ansatzlauge vor dem Lösen des Xanthogenats zugefügt werden. Viskose und Spinnen entsprechen den üblichen Bedingungen. (Vgl. hierzu S. 496, Nr. 573.)

632. Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin. Verfahren zur Herstellung feiner glänzender Fäden aus Viskoselösungen.

Franz. P. 587 552 vom 16. X. 1924 (Prior. Deutschl. 14. XI. 1913); brit. P. 224 885.

Nach Literaturangaben hängt der Feinheitsgrad aus Viskoselösung erzeugter feiner Fäden von dem Gehalt des Fällbades an Schwefelsäure ab, z. B. soll für Fäden von 2 Deniers die Mindestkonzentration 250 bis 280 g Monohydrat, für Fäden von 4 Deniers 170—190 g Monohydrat im Liter betragen; dazu kommen noch 360 g Glaubersalz. Es wurde gefunden, daß für das Spinnen sehr feiner Fäden von verschiedenem Titer die Innehaltung dieser Vorschrift nicht erforderlich ist; mit einem Fällbad, welches außer Glaubersalz nur 110—160 g Monohydrat im Liter enthält, kann man unter gleichen Bedingungen Fäden bis 2,5 De-

niers spinnen. Man spinnt z. B. Viskose von einer Reife von 8–10° Chlorammonium in einem Bade mit 160 g Schwefelsäure, zu dem man soviel Glaubersalz setzt, daß das spez. Gew. 1,32–1,42 beträgt. Die Tauchstrecke beträgt 10–15 cm, die Temperatur 47–50°. Zweckmäßig verwendet man ein Oberbad mit 5% Schwefelsäure, das man aus verdünntem Fällbad bereitet. Das Verfahren hat den Vorteil, daß man für die verschiedenen Titer ein einheitliches Fällbad verwendet, man verändert nur die Stoffzufuhr.

Nach Shrager und Lance.

633. C. Shrager und R. D. Lance. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Haaren aus resinathaltiger Zellulose.

Franz. P. 471 471 vom 10. VII. 1913.

Zellulose (guter Zellstoff) wird mit einem Gemisch gleicher Raumteile Wasser und Schwefelsäure von 66° Bé, dem 5% eines Gemisches gleicher Teile 8%iger Essigsäure und gewöhnlicher Buttersäure zugesetzt sein können, behandelt. Die Säure wird abgepreßt, der Rückstand mit Wasser gewaschen, wieder abgepreßt und mit Schwefelkohlenstoff behandelt. Man erhält eine weiße, perlmutterartige Masse, die in Natronlauge gelöst wird. Durch Fällen der Lösung mit 30%iger Schwefelsäure, Mischungen von Säure mit neutralen oder sauren Salzen erhält man sehr widerstandsfähige Fäden. Will man die Verwendung von Schwefelkohlenstoff umgehen, so behandelt man den Holzstoff mit einem Gemisch gleicher Raumteile von 8%iger Essigsäure und von Kammerensäure. Die Zellulose wird vollständig depolymerisiert und löst sich in dem sauren Gemisch. Die Lösung ist direkt verspinnbar in alkalischen Lösungen, welche die Säuren fixieren, besonders in Alkalizinkatlösungen. Will man Harz in das Enderzeugnis einführen, so verwendet man statt der Natronlauge in den vorbeschriebenen Verfahren alkalische Harzlösungen. Auch die Mitverwendung von Zink-, Magnesium- und Tonerverbindungen in dem harzhaltigen Endprodukt ist vorgesehen.

Nach Leaver.

634. J. M. Leaver, Oakland, Cal. (The Pacific Lumber Company, San Francisco). Verfahren zum Regenerieren von Zellulose aus Viskose.

Ver. St. Amer. P. 1 528 219 vom 3. III. 1925, angem. 26. XI. 1923.

Zum Regenerieren wird Extrakt von Sequoia verwendet.

Nach Faust.

635. O. Faust, Premnitz. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosexanthaten.

Brit. P. 229 518 vom 27. III. 1924; franz. P. 579 176.

Beim Spinnen künstlicher Seide, künstlichen Roßhaars usw. aus ungeriffelter Viskose aus ungeriffelter Alkalizellulose werden nichtmetallische Spinnköpfe verwendet, um die Bildung und das Austreten der Fäden zu erleichtern. (Vgl. brit. P. 135 205, S. 1031.)

Nach Erste Böhmisches Kunstseidefabrik A.-G.

636. Erste Böhmisches Kunstseidefabrik A.-G. Kunstfäden, Bänder, Filme usw. aus Viskose.

Franz. P. 580 252 vom 17. IV. 1924 (Prior. Tschechoslov. 18. V. 1923).

Der Natur des Zellstoffs und der Reife der Viskose entsprechend fügt man dem Fällbade aus Schwefelsäure und Natriumsulfat vom spez. Gew. von mindestens 1,35 einen Prozentgehalt Ammoniumsulfat zu.

Nach Société La Cellophane.

637. Société La Cellophane. Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Fäden, Haaren usw. aus Zellulose mittels Viskoselösung.

Franz. P. 573 533 vom 16. II. 1923; brit. P. 211 446.

Die Viskoselösung tritt aus geeigneten Spinnöffnungen in ein Fällbad aus Ammoniumsulfat oder Ammoniumsulfat und Säure, oder aus Ammoniumsulfat und einer Base, oder aus Natriumbisulfat oder Natriumsulfat und Säure. Danach gelangen die Fäden usw. in ein Mineralsäurebad, werden gewaschen, entschwefelt, wieder gewaschen, gebleicht, gewaschen und in einem Bade aus Glycerin behandelt. Alle Operationen werden kontinuierlich in hintereinander geschalteten Bädern ausgeführt. (Zeichnung.)

Nach Société anonyme La Soie de Compiègne.

638. Société anonyme La Soie de Compiègne. Neues Verfahren zur Herstellung von Kunstseide aus Viskose.

Franz. P. 589 205 vom 23. I. 1924.

Viskose von einer Reife, die 75% C_{24} und 25% C_{18} entspricht, wird in einem Bad aus etwa 20% Kochsalz bei ungefähr 40° gefällt. Das Bad enthält weder Ammonsalze noch Säuren oder saure Salze; eine nachträgliche Fixierung des Fadens mittels Säure wäre nur nötig, wenn die Viskose hauptsächlich der Stufe C_{18} entsprechen würde. Der Faden soll regelmäßiger und glatter, glänzender und weicher sein als beim Spinnen in sauren Bädern. Schädliche Gase entwickeln sich bei dem Verfahren nicht. Das in dem Fällbad sich ansammelnde Natriumsulfokarbonat wird aus schwach alkalischem Bade durch Eisenchlorid gefällt. Das Eisensulfokarbonat wird auf Schwefelkohlenstoff verarbeitet.

639. Soc. anon. La Soie de Compiègne. Neues Verfahren zur Herstellung von Kunstseide aus Viskose.

Franz. P. 29 673 vom 20. III. 1924, Zus. z. franz. P. 589 205.

Nach dem Hauptpatent (s. vorstehend) wird Viskose von der Reife 75% C_{24} und 25% C_{18} versponnen. Bei jüngerer Viskose von der Reife C_{18} arbeitet man besser mit einem Fällbad aus 20% Chlornatrium und 1–2% Chlorzink bei ungefähr 55°. Es wird ein Faden aus Zinkxanthogenat erhalten, der unlöslich ist, was dem Faden die gewünschte Festigkeit gibt. Er wird mit Kochsalzlösung gewaschen und durch Säure fixiert.

Über die Verwendung der phosphorigen und unterphosphorigen Säure bei der Herstellung von Fäden aus Viskose s. Chesnais, S. 968.

Über die Herstellung von Kunstseide aus Viskose, die mit Resinaten versetzt ist, vgl. S. 33 u. 534, und über die Herstellung von Viskose unter Mitverwendung von Benzin, Benzol, Naphtha oder Terpentinöl bei der Schwefelkohlenstoffeinwirkung und Fällen der Fäden durch Schwefelsäure und Alkohol vgl. A. K. Semenov, Rev. gén. mat. col. 1. VII. 1912, S. 186.

Besondere mechanische Einrichtungen für die Herstellung von Viskoseseide.

Zahlreich sind die mechanischen Einrichtungen, die für die Fadenbildung aus Viskoselösungen angegeben worden sind. Auf sie beziehen sich die nachfolgenden Patente:

Nach Société française de la Viscose.

640. Société française de la Viscose, Paris. Drehbare Spinnöse für künstliche Seide.

D.R.P. 164 321 Kl. 29a vom 6. VIII. 1904 (gelöscht); brit. P. 17 152¹⁹⁰⁴; franz. P. 345 274.

Bei dieser Spinnöse weist der in einer Fassung drehbar gelagerte als Rohr ausgebildete Düsenkopf an seinen beiden Enden Schraubennuten mit Links- und Rechtsgewinde auf, welche die zwischen der Fassung und dem Rohr nach außen zu entweichen bestrebte Viskose stets nach der Mitte des Rohres zurückführen. Auf Fig. 210 ist der Erfindungsgegenstand im Schnitt dargestellt. Das Zuführungs- und Sammelrohr 1 der Viskose ist mit einem Körnerventil 2 versehen. Der Düsenträger 3 wird durch die Schraube 4 gehalten. Durch Lösen dieser Schraube kann der Düsenträger um die Achse *a a* gedreht und erforderlichenfalls zwecks Reinigung oder Erneuerung aus dem Bade herausgehoben werden. In diesen Metallträger 3 ist ein Kanal 5 gebohrt, durch welchen die Viskose in den Filterraum 6 und von dort aus durch den Kanal 7 des Rohres 8 in den Düsenkopf 9 geleitet wird. Die Düsenfassung 10 ist mit ihrem Zapfen 11 im Träger 3 gelagert und kann um die Achse *b b* gedreht werden. Die Festlegung geschieht durch Anziehen der Mutter 12. An Stelle dieser Verbindung kann auch ein Kugelgelenk treten, welches eine Bewegung der Düsenfassung 10 nach allen Richtungen gestattet. Im Innern der Fassung 10 kann sich das Rohr 8 drehen. Hierzu ist eine biegsame Transmission 13 vorgesehen, welche dem Herausheben der Düse aus dem Rade oder ihrem Einsenken in das Bad kein Hindernis entgegensetzt, wobei selbstverständlich die Drehbewegung keine Unterbrechung erleidet. Das Rohr 8 ist auf seinem Außenmantel mit einer linksgängigen Schraubennut 14 sowie mit einer rechtsgängigen Schraubennut 15 versehen. Diese Einrichtung dient

dazu, die zwischen der Fassung 10 und dem Rohr 8 nach außen zu entweichen bestrebt Viskose stets nach der Mitte des Rohres zurückzuführen. Die unter einem bestimmten Druck die Düse 9 verlassenden Viskosefäden 17 durchlaufen das Erstarrungsbad, laufen über eine Rolle 18 und über eine auf der Zeichnung nicht dargestellte Winde oder Spule. Die Drehbewegung der Düse bezweckt das Zusammendrehen der Fäden in dem Augenblicke, wo sie sich bilden. Dieses Zwrinnen wird um so wirksamer ausfallen, je höher die Drehgeschwindigkeit der Düse ist. Um jede Verstopfung des Düsenkopfes zu verhindern, wird die Viskose in der Kammer 6 des Düsenträgers 10 einer letzten Filtration unterworfen und hierzu durch die in einem Metallgewebe 19 enthaltene Watte geleitet. Um das Zerreißen der aus dem Düsenkopf heraustretenden Fäden zu vermeiden, ist das Rohr 8 mit einem Mundstück 20 versehen, welches mittels eines Bajonettverschlusses oder in anderer Weise befestigt ist. Dieses Mundstück teilt der Flüssigkeit eine der Drehung der Fäden gleiche Drehbewegung mit, wodurch dem Zerreißen der Viskosefäden vorgebeugt wird.

Patentanspruch: Drehbare Spinn-
düse für künstliche Seide, dadurch
gekennzeichnet, daß der in einer
Fassung (10) drehbar gelagerte, als
Rohr ausgebildete Düsenkopf (8) an
seinen beiden Enden Schraubennuten
mit Links- und Rechts-
gewinde aufweist, welche
die zwischen der Fassung
und dem Rohr nach
außen zu entweichen be-
strebte Viskose stets
nach der Mitte des
Rohres zurückführen.

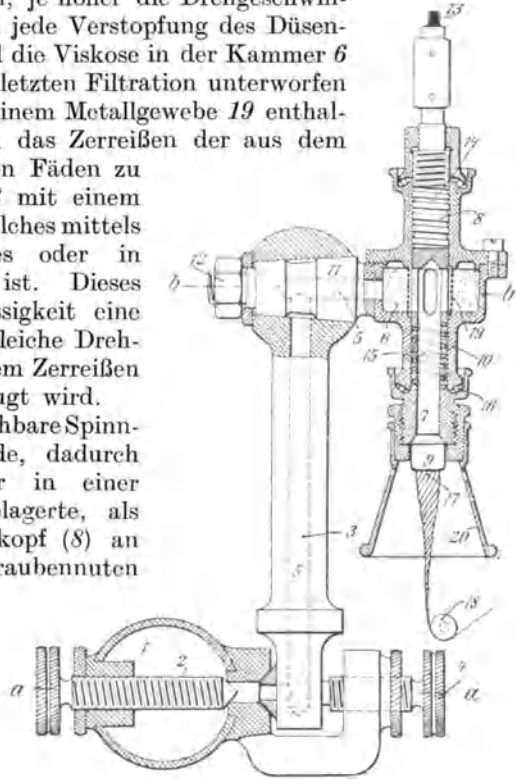


Fig. 210.

641. Société française de la Viscose, Paris. Hahn zum Regeln der in Spinn-
düsen für künstliche Seide einfließenden Viskose-
mengen.

D.R.P. 163 467 Kl. 29a vom 9. VIII. 1904 (gelöscht); franz. P. 345 293.

Viskose ist bekanntlich sehr dickflüssig und bewegt sich nicht leicht durch Röhren. Die neue Hahnkonstruktion weist mehrere Einzelheiten auf, welche in ihrer Vereinigung ein genaues Regeln der Viskosemenge ermöglichen und die Druckverluste der unter Pressung eingeführten Viskose auf ein geringes Maß herabsetzen. Fig. 211 ist ein senkrechter Schnitt durch den Hahn, Fig. 212 ist ein Schnitt nach der Achse des Kanals 11.

In dem aus Stahl hergestellten Hahngehäuse 1 steckt das verhältnismäßig starke Kegelkükens 2. Das Hahngehäuse 1 ist durch Schrauben 3 mit dem Flansch 4 des Viskosezuführungsrohres 5 verbunden. Das Kükens trägt einen Schlüssel 6, an welchem ein Zeiger 7 befestigt ist, der sich über einer Skala 8 bewegt. Das Kükens 2 weist eine Höhlung 9 auf, die sich in der Verlängerung des im Gehäuse 1 befindlichen Kanals 10 befindet. Senkrecht zur Achse des Kanals 10 ist im Gehäuse 1 ein Kanal 11 gebohrt. In der Kükenswandung befindet sich eine Bohrung 12, deren Durchmesser nur einige Millimeter beträgt. Diese Bohrung verbindet die Höhlung 9 mit dem Kanal 11, der zu dem in punktierten Linien angedeuteten Düsenträger führt (Fig. 211).

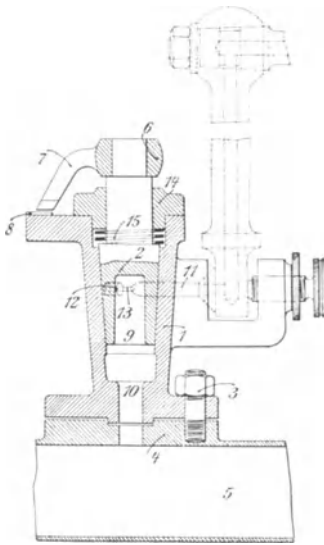


Fig. 211.

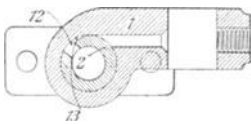


Fig. 212.

Unter diesen Verhältnissen besitzt der Hahn nur eine sehr geringe Empfindlichkeit. Denn der Querschnitt der Bohrung 12 läßt sich kaum regeln, da schon bei der geringsten Drehung des Schlüssels 7 eine Freilegung erfolgen müßte.

Um dem Hahn die zur Erzielung eines regelmäßigen Ausflusses erforderliche Empfindlichkeit zu verleihen, ist in der Metalldicke der Kükenswandung ein halbkegelartiger kleiner Kanal 13 eingeschnitten, dessen Tiefe von der Bohrung 12 ausgehend abnimmt, und der sich in der Schließrichtung des Kükens erstreckt. Hieraus folgt, daß bei einer verhältnismäßig großen Drehbewegung des Kükens nur ein geringer Querschnitt des kleinen Kanals 13 freigelegt wird, so daß der Ausfluß der unter Druck zugeführten Viskose leicht geregelt werden kann und außerdem infolge des unmittelbaren Übertretens der Viskose aus dem Kükensinnern in den Austrittskanal kein Druckverlust entsteht. Der von der Viskose herrührende Druck pflanzt sich von unten nach oben fort. Die Viskose hat keine besonderen Schlitze zu passieren, hat aber infolge des Druckes das Bestreben, das Kükens aufwärts zu treiben, wodurch Undichtigkeiten entstehen könnten. Um diesem Übelstande zu begegnen, ist in bekannter Weise zwischen dem Deckel 14 des Gehäuses 1 und dem Kükens 2 eine Schraubenfeder 15 eingeschaltet, die gegen das Kükens drückt und so jedes Austreten von Flüssigkeit verhindert, wenn das Kükens gut eingeschliffen ist.

Patentanspruch: Hahn zum Regeln der in Spinndüsen für künstliche Seide einfließenden Viskosemenge, dadurch gekennzeichnet, daß das in bekannter Weise durch Federwirkung auf seinen Sitz gepreßte Hahnkükens einen unten offenen Hohlraum (9) enthält und der Durchgang im Kükens auf einer Seite und am Umfang des letzteren eine kanal-

artige halbkegelförmige Verlängerung (13) aufweist, um ein leichtes Regeln der Durchflußmenge zu ermöglichen.

642. Société française de la Viscose. Sich drehende Spinnvorrichtung für künstliche Seide.

Franz. P. 361 877; schweiz. P. 38 455.

Die zu verspinnende Viskose wird aus dem Zuführungsrohr *i* (Fig. 213) durch die Löcher *m* dem Rohre *h* zugeführt, das in die Bohrung des Stückes *a* hineinreicht; *a* ist oben und unten mit Kugellagern versehen und erhält seinen Antrieb von der Scheibe *e* aus. Das obere Kugellager ist durch *c* einstellbar. Das in den unteren Teil von *a* eingeschraubte Stück *f* trägt die (nicht gezeichnete) Spinndüse. Als Vorteil der Vorrichtung wird geringe Reibung und der Umstand hervorgehoben, daß keine Viskose ungenutzt verloren gehen kann.

643. Société française de la Viscose, Paris. Vorrichtung zum Ausrücken der Spinntöpfe für Viskosespinnmaschinen.

D.R.P. 160 244 Kl. 29a vom 12. VIII. 1904 (gelöscht).

Bei der Spinnerei der Viskose wird der Faden beim Austritt aus der Spinndüse und den Gerinnungsbädern in Spinntöpfen, welche eine rasche Umdrehungsbewegung ausführen, aufgeschichtet. Sobald ein Spinntopf mit dem Faden gefüllt ist, wird er durch einen leeren ersetzt, was durch Hand geschieht. Beim andauernden Betriebe dreht sich nun die Spindel, auf die der Spinntopf aufgesetzt ist, ohne Unterbrechung. Die Auswechslung der Spinntöpfe ist infolgedessen mit Gefahr und mit Nachteilen verbunden. Mittels der Vorrichtung des vorliegenden Patentes werden die Spinntöpfe, sobald sie ausgewechselt werden sollen, von der Spindel mechanisch durch eine drehbare Scheibe abgehoben. Infolgedessen dreht sich der Spinntopf, nachdem er von der Spindel abgehoben ist, noch einige Zeit auf der beweglichen Scheibe und verringert rasch seine Umdrehungsbewegung, so daß er gefahrlos abgehoben werden kann.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Ausrücken der Spinntöpfe für Viskosespinnmaschinen, gekennzeichnet durch eine unter dem Spinntopf drehbar gelagerte, heb- und senkbare Scheibe, zum Zweck, den Spinntopf von der sich drehenden Spindel abzuheben und stillzusetzen. (3 Zeichnungen.)

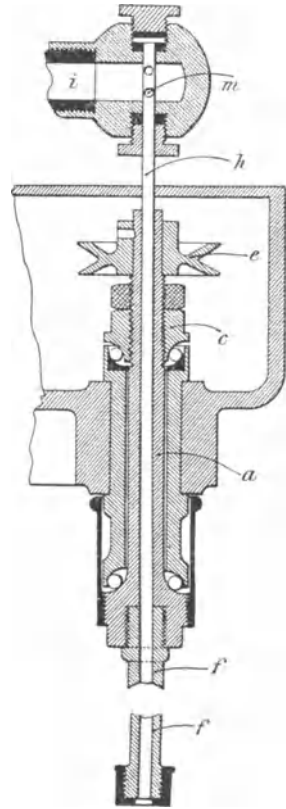


Fig. 213.

644. Société française de la Viscose. Spinnkopf mit auswechselbarem Einsatz zum Verspinnen von Viskose.

Franz. P. 345 343.

In der Metallfassung *1* (Fig. 214) befindet sich der Einsatz *2* aus gehärtetem Stahl oder Glas, in den die Vertiefungen *3* eingeschnitten sind. Diese Vertiefungen, die die Spinnöffnungen bilden, sind nach der Spitze zu enger. *4* ist ein Sieb, welches größere Verunreinigungen zurückhält. Die Spinnöffnungen sind leicht vollkommen gleichmäßig zu schneiden, und die Vorrichtung ist bequem rein zu halten.

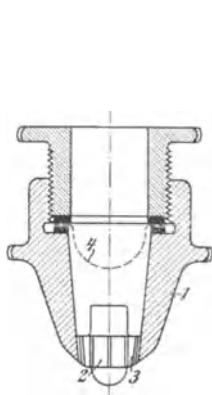


Fig. 214.

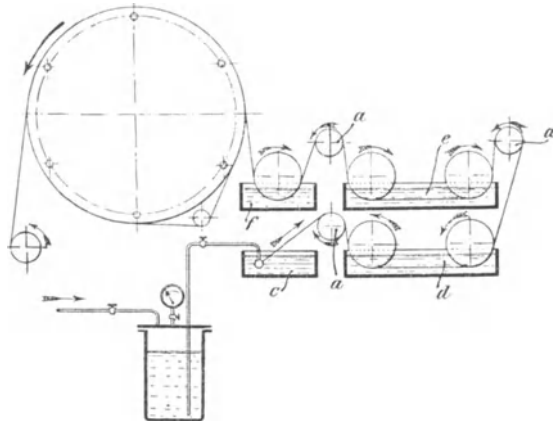


Fig. 215.

645. Société française de la Viscose, Paris. Vorrichtung zum Spinnen von künstlicher Seide aus Viskose.

D.R.P. 192 406 Kl. 29a vom 19. VII. 1906 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 923 777 (auch A. Delubac); franz. P. 377 424; österr. P. 34 101.

Die Erfindung besteht in der Anordnung einseitig gelagerter, an ihrer Oberfläche mit Rillen versehener Rollen, über welche der aus der Spinnöse kommende Faden nach Durchlaufen des Fällbades geleitet wird. Zur Erleichterung des Auflegens des Fadens sind hierbei eine oder mehrere der durch die Rillen gebildeten Leisten derart verlängert, daß dadurch ein oder mehrere hervorstehende Knöpfe von 5–6 mm Höhe gebildet werden, um das Auflegen der Fäden zu erleichtern.

Fig. 215 stellt schematisch die Vorrichtung dar, in der die den Gegenstand der Erfindung bildenden Rollen *a* Verwendung finden sollen. Fig. 216 und 217 zeigen eine solche Rolle mit ihren Knöpfen *b* im Längs- und Querschnitt. Von der ersten hinter dem Fällbad *c* angeordneten Rolle *a* gelangt der Faden hintereinander in verschiedene Bäder *d e f*, zwischen denen sich je eine Rolle *a* der beschriebenen Art befindet, worauf schließlich der Faden in bekannter Weise auf eine Trockentrommel aufgewickelt wird. Der Arbeiter hält den Faden beim Auflegen auf die Rollen in der rechten Hand und führt ihn mit der linken Hand weiter, indem er nach Möglichkeit der Ausflußgeschwindigkeit

folgt. Gleichzeitig nähert er den Faden der Rolle, auf welche er aufgelegt werden soll, und ohne ihn loszulassen, läßt er ihn von einem der Knöpfe erfassen. Der Faden schiebt sich alsdann von selbst auf die Rollen auf, wobei der Arbeiter das Ende beständig in der Hand behält, der Ausflußbewegung weiter folgt und dann den Faden auf die nächste Rolle auflegt.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Spinnen von künstlicher Seide aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen den Bädern einseitig gelagerte und an ihrer Oberfläche mit Rillen versehene Rollen (a) zum Tragen der Fäden angeordnet sind, deren Oberfläche an mehreren Stellen nach vorn verlängert und mit abgerundeten Knöpfen (b) versehen ist, um den Faden leichter auflegen zu können.

Das Ver. St. Amer. P. erläutert das Austreiben der Viskose durch Druckluft näher. *c* enthält Fällflüssigkeit, *d* Wasser von 70°, das mit 7%

Schwefelsäure versetzt ist, *e* reines Wasser und *f* ein Gemisch aus Wasser, Seife, Öl und Soda, um den Faden zu neutralisieren und sein Ankleben an der Trockentrommel zu verhindern, auf die der Faden nach Verlassen von *f* gewickelt wird. Die rechts unten neben der Trockentrommel angeordneten Rollen sitzen in Zwischenräumen zu mehreren auf einer Achse und dienen dazu, den Faden in Schraubenlinien um die Trommel zu führen.

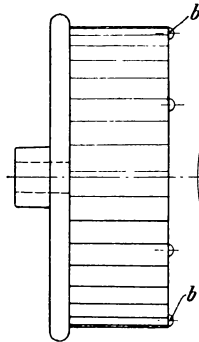


Fig. 216.

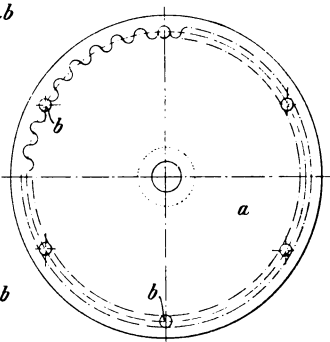


Fig. 217.

Nach Ernst.

646. Ch. A. Ernst, Lansdowne. Apparat zur Herstellung von Fäden aus Viskose und ähnlichen Stoffen.

Ver. St. Amer. P. 808 148 und 808 149.

Eine höhere Festigkeit und besseren Glanz will der Erfinder den aus Viskose und ähnlichen Stoffen gebildeten Fäden dadurch erteilen, daß er die Streckung der Fäden auf den gewünschten Feinheitsgrad nicht wie bei den bekannten Apparaten unmittelbar nach der Bildung der Fäden, wenn diese noch sehr plastisch sind, sondern erst später, wenn die Fäden bereits etwas fester geworden sind, vornimmt. Er erreicht dies dadurch, daß er zwischen Preßmundstück und Spule zwei Stäbe einschaltet, an denen die Fäden vorbei oder über welche sie hinweggeleitet werden. Die größte Streckung findet dann zwischen der Spule und dem ihr zunächst liegenden Stabe statt, eine geringere Streckung auf dem Wege zwischen den beiden Stäben und die geringste zwischen dem Preß-

mundstück und dem ihm am nächsten liegenden Stabe. Die Stäbe können in dem Fällungsbade oder außerhalb liegen. (7 Zeichnungen.)

Nach Waddell und Pettit.

647. M. Waddell, New-York, und S. W. Pettit, Philadelphia. Vorrichtung zum Aufwickeln von künstlichen Seidenfäden bei ihrer Herstellung.

D.R.P. 204 215 Kl. 29a vom 12. III. 1907 (gelöscht); franz. P. 375 633; Ver. St. Amer. P. 846 879; brit. P. 5881¹⁹⁰⁷.

Bei dieser Vorrichtung kann der Faden beim Aufwickeln weder eine merkliche Verdünnung erleiden noch durch Verkleben mit den benachbarten Fadenteilen beschädigt werden. Die aus Zellulose oder einem ähnlichen Stoffe in bekannter Weise erzeugten Fäden werden, anstatt, wie üblich, auf Spulen, auf Wickelringe aufgewunden. Diese Ringe erhalten ihren Antrieb am Umfange und sind von so großem Durchmesser, daß auch bei konstanter Umdrehungsgeschwindigkeit der Faden in den aufeinanderfolgenden Lagen nicht wesentlich ausgereckt, also im Durchmesser nicht verdünnt wird. Weiter tauchen die Ringe in die Fixier-

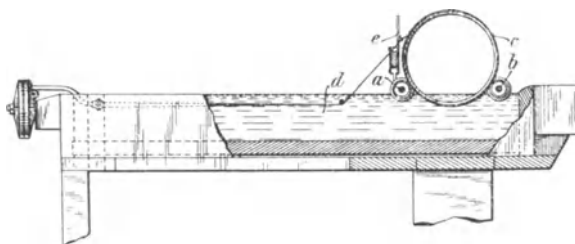


Fig. 218.

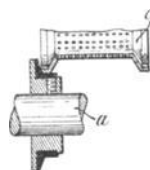


Fig. 219.

flüssigkeit ein, so daß der aufgewundene Faden fortlaufend mit der Flüssigkeit in Berührung bleibt oder kommt und daher gegen Zusammenkleben mit den benachbarten und folgenden Fadenlagen geschützt ist.

Die Vorrichtung besteht aus einer Reihe bekannter Gefäße für die Fixierflüssigkeit mit Spinn- und Filtrierköpfen auf einer Seite. Am anderen Ende des oder der Gefäße sind quer dazu ein Paar Wellen *a* und *b* (Fig. 218 und 219) mit beliebigem, geeignetem Antriebe angeordnet. Auf diesen Wellen ruhen die Spul- oder Wickelringe *c* und werden von ihnen im Sinne der Drehbewegung mitgenommen. Mit seinem unteren Teile ragt der Ring *c* in das Fixierbad *d* hinein, so daß der bereits aufgewickelte Faden weiter fortdauernd vom Bade *d* benäht erhalten wird und daher selbst bei engster Bewicklung nicht verkleben kann. Die hin- und hergehende Stange *e* dient in bekannter Weise zum Führen und Ablegen des Fadens in Schichten oder Reihen auf dem Ring *c*. Bei dieser Einrichtung ist es wesentlich, daß die Spulenringe zur Aufnahme des Fadens von verhältnismäßig großem Durchmesser sind, so daß, obwohl sich der Ring mit konstanter Geschwindigkeit dreht, doch eine merkliche Ausreckung (Verdünnung) des Fadens der oberen

Wickelschichten gegenüber dem Faden der unteren Wickelschichten nicht stattfindet, mithin auch die Fäden der äußeren Schichten gleichen Durchmesser behalten wie die der inneren Schichten.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Aufwickeln von künstlichen Seidenfäden bei ihrer Herstellung, gekennzeichnet durch einen mit seinem Umfange in das Fixierbad eintauchenden Wickelring (c), der seinen Antrieb durch zwei mit gleichbleibender Wickelgeschwindigkeit umlaufende, unmittelbar auf die Ringkränze wirkende und den Faden unberührt lassende Wellen (a, b) empfängt.

Die ausländischen Patente betreffen noch die Bewegung der verschiedenen Teile der Vorrichtung, die Einrichtung, um die Fällflüssigkeit in Umlauf zu setzen, und eine besondere Vorrichtung, um das ungleichmäßige Bewickeln der Wickelringe zu verhindern. (8 Zeichnungen.)

Die Filtrier- und Spinnvorrichtung des brit. P. 7690¹⁹⁰⁸ derselben Erfinder besteht aus zwei Scheiben, die Filterstoffe zwischen sich aufnehmen und zusammengepreßt werden. Der einen wird die zu filtrierende Spinnlösung zugeführt, die den Filterstoff durchdringt, an der Außenseite der anderen Scheibe austritt und nach dem Spinnkopf geht. (3 Zeichnungen.)

648. M. Waddell, New-York (S. W. Pettit). Vorrichtung zur Bildung von Fäden.

Ver. St. Amer. P. 849 822.

Die Vorrichtung besteht aus einem drehbaren Rohre, welches die Fällflüssigkeit zuführt, und einem dies Rohr umgebenden und mit ihm drehbaren Rohre, das die Viskose zuführt. Das äußere Rohr ist an dem Ende, welches in den Fälltroge eintaucht, konisch erweitert und durch eine entsprechende Verdickung des inneren Rohres verschlossen. Die Verdickung trägt am Rande, da wo sie an das äußere Rohr stößt, einen Kranz feiner Rillen, die die Austrittsöffnungen für die Viskose bilden. Ein Filter für die Viskose ist wie im Ver. St. Amer. P. 849 870 (s. nachstehend) angeordnet. (5 Zeichnungen.)

649. M. Waddell (S. W. Pettit). Apparat zur Bildung von Fäden.

Ver. St. Amer. P. 849 870.

Die Vorrichtung besteht aus einem schräg in das Koagulierungsbad eintauchenden, sich drehenden Spinnkopf mit zahlreichen Öffnungen, der an einem hohlen Träger befestigt ist, durch den die Viskose zugeleitet wird. Über die ganze Länge des Trägers erstreckt sich in dessen Innern ein Filter, durch welches die Viskose geht, ehe sie nach dem Spinnkopf gelangt. In dem Koagulierungsbad dreht sich eine Walze, auf die der gezwirnte Faden aufgewickelt wird. Alle beweglichen Teile werden von einer Scheibe aus angetrieben. Die Walze zum Aufwickeln der Fäden kann auch außerhalb des Koagulierungsbades in einem anderen Bade untergebracht sein. Ehe der Faden auf die Walze kommt, legt er einen längeren wagerechten Weg ohne plötzliche Richtungsänderung zurück. (6 Zeichnungen.)

650. Spinnköpfe beschreibt derselbe Erfinder in dem

Ver. St. Amer. P. 823 009.

Ein an einem Ende geschlossener Zylinder aus Platin mit nach außen gebogenen Rändern wird durch eine Schraubkappe an einem Rohre befestigt. Das geschlossene Ende hat zahlreiche Öffnungen, durch die die Fäden austreten. Zwischen dem Zylinder und dem Rohre ist ein Seiher aus Platin befestigt, dessen Öffnungen feiner sind als die Öffnungen für die Fäden. Eine Verstopfung der letzteren wird dadurch verhindert. Die Viskose kommt möglichst wenig mit anderen Stoffen als Platin in Berührung, um sie vor Zersetzung zu schützen. (6 Zeichnungen.)

651. Ähnliche Einrichtungen beschreibt Ch. A. Ernst in dem

Ver. St. Amer. P. 858 648,

nach welchem der Seiher und die die Spinnöffnungen tragende Platte aus Hartgummi bestehen. (6 Zeichnungen.)

Nach Courtauld & Co., Tetley und Clayton.

652. H. G. Tetley, London, und J. Clayton, Braintree. Verbesserungen an Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Seide u. dgl.

Brit. P. 19 158¹⁹⁰⁸.

Die von der Welle 7 (Fig. 220) aus mittels des Zahnrades 27 angetriebene, schwenkbar gelagerte Pumpe 16 fördert Viskose aus dem Rohr 10 nach der Spinnvorrichtung 19, die in dem Teil 17 ein Filter enthält. Durch den Spinnkopf 20 tritt die Viskose in ein Fällbad 2. Der gebildete einzelne oder zusammengesetzte Faden gelangt auf Haspel 53, die von derselben Welle aus angetrieben werden wie die Pumpe 16 und auf Trägern oberhalb der Fällbäder angeordnet sind. Die (nicht vollständig gezeichneten Träger) sind T-förmig und zwischen zwei Reihen von Spinnvorrichtungen, Fällbädern und Haspeln angeordnet. Die Träger enthalten zwei Lager für die Haspel, ein niedrigeres 55 und ein höheres 54. Liegt der Haspel in dem Lager 55, so wird er von einer mit ihm in Berührung stehenden Scheibe bewegt, liegt er in dem Lager 54, so ist er in Ruhe. Von der die Haspel in Bewegung setzenden Welle werden auch die Fadenführer 62 angetrieben.

(Außer der dargestellten enthält die Patentschrift 4 Zeichnungen.)

653. S. Courtauld & Co. Ltd., London. Vorrichtung zur Herstellung von künstlicher Seide und ähnlichen Fäden mit einer hohlen, zwischen ihren Lagerstellen angetriebenen, die Spinndüse tragenden Spindel.

D.R.P. 236 242 Kl. 29a vom 8. VI. 1909 (gelöscht); franz. P. 406 344; brit. P. 19 157¹⁹⁰⁸ (H. G. Tetley und J. Clayton); Ver. St. Amer. P. 979 434 (J. Clayton und S. Courtauld & Co., Ltd.).

Die Erfindung bezieht sich auf Vorrichtungen, mit deren Hilfe künstliche Seide und ähnliche Fäden hergestellt werden, indem man einen Stoff, wie eine dickflüssige Zelluloselösung, z. B. Viskose, durch Öffnungen einer drehbaren Düse in ein Bad austreten läßt und ausfällt,

um so eine Anzahl von Fäden zu bilden, welche miteinander zwecks Bildung eines Fadens versponnen werden. Den Gegenstand der Erfindung bildet insbesondere eine Vorrichtung, durch welche die Arbeitsweise derartiger drehbarer Düsen in wirksamerer, sparsamerer und zweck-

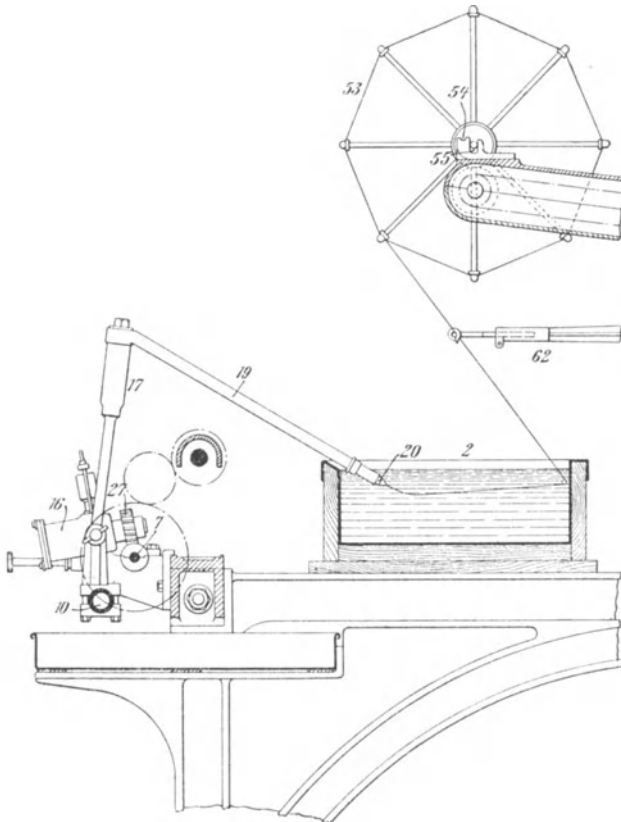


Fig. 220.

mäßigerer Weise ausgeführt wird als bisher, wobei eine geringere Antriebskraft infolge des Fehlens von Stopfbüchsen und von langen Führungsflächen erfordert wird. Die Teile sind fernerhin so angeordnet, daß die Möglichkeit vermieden wird, daß Viskose in die Führungsteile gelangt, während das Triebwerk derart eingerichtet ist, daß ein Reinigen und Säubern von Luft leicht bewirkt werden kann. Schließlich kommt auch die Antriebskraft in wirksamerer Weise als bisher zur Geltung. Bei der Erfindung wird das Rohr oder die Spindel von einem schwingenden Rahmen getragen, welcher in einem an dem Viskosezuführungsrohr befestigten Träger gedreht werden kann, so daß die Düse in eine geeignete Stellung zwecks Besichtigung oder zu anderen Zwecken gebracht wird, und daß gleichzeitig die Räder, welche die Bewegung zum

Antriebe des Rohres oder der Spindel übertragen, außer Verbindung gebracht werden. Die Pumpe ist jedoch auch so an dem Rahmen angebracht, daß sie auf ihm schwingen kann, um das Triebwerk, welches sie antreibt, außer Eingriff zu bringen und so den Betrieb der Pumpe gewünschtenfalls unabhängig von dem Schwingen des Rahmens anzuhalten, so daß, während der Rahmen geschwungen werden kann, um das Rohr oder die Spindel in und außer Eingriff zu bringen, ohne den Betrieb der Pumpe zu beeinflussen, gewünschtenfalls die Pumpe in und

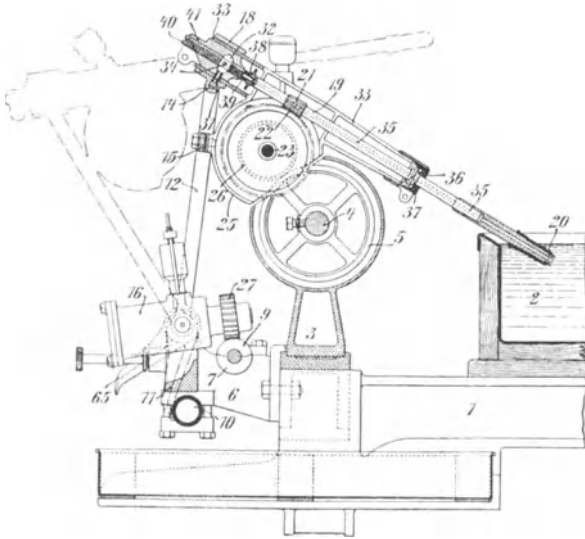


Fig. 221.

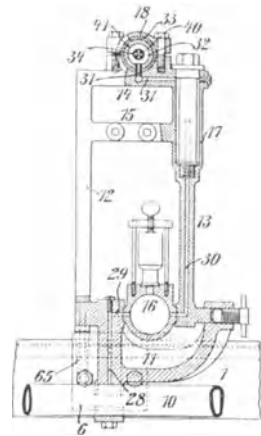


Fig. 222.

außer Gang unabhängig von dem Rohr oder der Spindel gesetzt oder beide gleichzeitig in und außer Betrieb gebracht werden können. Der Rahmen kann das Filter tragen, und die verschiedenen Teile können in der bisherigen Weise durchlocht sein für den Durchgang der Viskose von dem Viskoserohr zu der Pumpe und von der Pumpe durch das Filter und den Rahmen zu der Spindel und von dort zu der Düse. Der Faden, welcher durch Verzwirnen der gesponnenen Fäden durch Drehung des Rohres oder der Spindel gebildet wird, kann über geeignete Führungen zu einer Wickelrolle oder einer anderen Aufwickeleinrichtung in irgendeiner geeigneten Weise geführt werden.

Fig. 221 ist ein Schnitt durch eine der drehbaren Düsen und ihre Spindel und durch die Vorrichtungen, welche die Viskose zuführen, sowie durch eine der Pumpen und das Triebwerk in Verbindung mit dieser Pumpe und der Spindel. Fig. 222 ist ein Schnitt, welcher eine Pumpe und eine Spindel in ihrer Stellung in dem Rahmen sowie den stützenden Träger veranschaulicht. Fig. 223 ist ein Längsschnitt, welcher das Getriebe darstellt, durch welches die Spindeln angetrieben werden. Auf einem geeigneten Rahmenwerk 1 befinden sich Pfosten für eine

Antriebswelle 4, welche Reibungsscheiben 5, und zwar je eine zum Antrieb jeder Spindel der Spritzdüsen, trägt. Unterhalb dieser Welle 4 und ihrer Pfosten ragen Träger 6 von dem Rahmenwerk hervor, welche eine die Pumpe antreibende Welle 7 tragen, welche an dem Ende zweckmäßig durch ein Satzrad mit der Antriebswelle 4 in Verbindung steht. An dieser die Pumpe antreibenden Welle 7 befinden sich Schnecken 9, und zwar je eine für jede Pumpe. 10 ist ein Rohr für die Zuführung der Viskose. An diesem Rohre 10 sind gegenüber jeder der Schnecken 9 an der die Pumpe treibenden Welle 7 Fortsetzungen 11 des Trägers 6 befestigt. Diese Fortsetzungen haben Lager, durch welche ein Rahmen getragen wird, wie aus Fig. 222 ersichtlich ist, wobei dieser Rahmen zweckmäßig aus zwei Armen 12 und 13 und zwei Querstücken 14 und 15 besteht. Dieser Rahmen kann auf oder in diesen Lagern als Mittelpunkten geschwungen werden. In Lagern oder in einem dieser Arme (dem mit 13 bezeichneten) und in dem Träger 11, welcher an dem Viskosezuführungsrohr 10 befestigt ist, ist die Pumpe 16 gelagert, so daß sie in diesen Lagern als Mittelpunkten geschwungen werden kann. Von den Armen 13 trägt jeder ein Filter 17. Das obere Querstück 14 zwischen den Armen 12 und 13 trägt in einer Klammer 18 ein Ende des Gehäuses 33 mit einem Lager für ein Ende der Spindel 19, welche in der Düse 20 endigt, durch welche die Viskose in das Bad gespritzt wird. An der Spindel 19 der Düse 20 befindet sich, zweckmäßig in der Nähe des mittleren Teiles ihrer Länge, eine Schnecke 21, welche in ein entsprechendes Schneckenrad 22, das auf einer Spindel 23 getragen wird, eingreift. Diese Spindel befindet sich in Lagern 24 (zweckmäßig Kugellagern), welche von einem Gehäuse 25 getragen werden, das seinerseits an dem unteren Querstück zwischen den Armen 12 und 13 befestigt ist. An dem Schneckenrad 22 ist eine Reibungsscheibe 26 befestigt, welche, wenn der Rahmen gegen das Bad geschwungen wird, gegen die entsprechende Reibungsscheibe 5, die von der Antriebswelle 4 getragen wird, zu liegen kommt. Wenn die Pumpe 16 in Betrieb gesetzt wird, so wird sie geschwungen, so daß das Schneckenrad 27 der Pumpe in die entsprechenden Schnecken 9, die von der die Pumpe antreibenden Welle 7 getragen werden, eingreift, und dann wird die Viskose von dem Viskoserohr 10 gepumpt durch eine Öffnung in diesem Rohr und durch eine Öffnung 28 (Fig. 222) in dem Träger 11, welcher den oben genannten Rahmen trägt, durch die Öffnungen 29 zu der Pumpe 16 und von dort durch eine Öffnung 30 an einem der Arme und durch das Filter 17 und von dort durch eine Öffnung 31 in dem oberen Querstück 14 des Rahmens zu einer Kammer 32 an einem Stück 41 in dem Gehäuse 33, welches

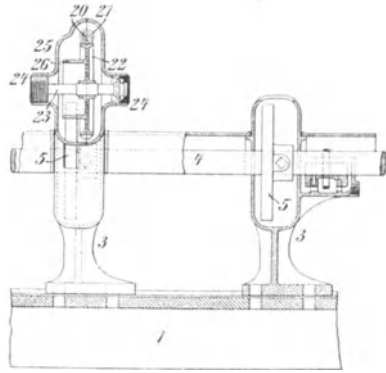


Fig. 223.

Stück das einstellbare Lager für das eine Ende der Spindel der Düse trägt und von dort durch die seitlichen Öffnungen 34 in dem Lager der Spindel in die Durchbohrung 35 in der Spindel, welche auf diese Weise an dem einen Ende mit der Kammer 32 und an dem anderen Ende mit der Düse 20 in Verbindung steht. Die Spindel 19, welche die Düse trägt, ist in ihrem Gehäuse in der in Fig. 223 dargestellten Weise angebracht. Das Ende des Gehäuses, welches sich der Düse 20 am nächsten befindet, hat einen an ihm befestigten Kugelsitz 36 und einen anderen an der Spindel 19 befestigten Kugelsitz 37, wobei Antifriktionskugeln zwischen diese Sitze gelegt sind. Das Ende der Spindel 19, an welchem die Viskose eintritt, hat einen Sitz 38, zweckmäßig von konischer Form, in welchen ein entsprechend verjüngtes Ende 39 einer Schraube 40 eintritt. Diese letztere ist hinreichend weit durchlocht, um eine Fortsetzung der Öffnung 35 in der Spindel bis zu der Kammer 32 durch die Queröffnungen 34 zu bilden, wobei die Schraube 40 durch das Stück 41 an dem Ende des Gehäuses 33 der Spindel so geschraubt ist, daß das Lager leicht eingestellt werden kann. Tröge können an irgendeiner geeigneten Stelle angebracht werden, um die Viskose aufzufangen, welche aus den Düsen herabtropfen kann. 65 sind Sperrungen, welche verhindern sollen, daß sich die Rahmen zu weit drehen, und außerdem zu deren Stütze dienen, wenn die Düsen von den Bädern gehoben werden.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung von künstlicher Seide und ähnlichen Fäden mit einer hohlen, zwischen ihren Lagerstellen angetriebenen, die Spinddüse tragenden Spindel, dadurch gekennzeichnet, daß das die Spinddüse tragende Ende der Spindel in einem Kugellager gelagert ist und das rückwärtige Ende der Spindel von einem axial durchbohrten feststehenden Stützzapfen getragen wird, dem die Spinnmasse durch radiale Öffnungen zugeführt wird.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß auf dem Zuführungsrohr (10) für die auszufällende Masse ein Rahmen schwingbar gelagert ist, dessen oberes Querstück (14) das Lager für das die Spinnmasse aufnehmende Ende der hohlen Spindel trägt, und dessen anderes Querstück (15) Schnecken und Reibräder zum Antrieb der Spindel trägt.

654. H. G. Tetley, London, und J. Clayton, Braintree. Verbesserungen an Vorrichtungen zum Pumpen und zum Regeln des Durchflusses halbflüssiger Stoffe.

Brit. P. 17 876¹⁹⁰⁷.

Die Vorrichtung dient zum Fördern der Viskose bei Viskosespinnmaschinen. In dem Gehäuse 1 (Fig. 224 und 225) dreht sich, von der Welle 8 angetrieben, der Zylinder 7. Zwischen ihm und dem Gehäuse 1 sind durch die Stücke 5 und 6 zwei getrennte Räume 3 und 4 gebildet, von denen 3 der Zuführungsraum, 4 der Ableitungsraum für die Viskose ist. Die Viskose strömt durch die Bohrung 13 dem Raume 3 zu und wird aus dem Raume 4 durch die Bohrung 14 weitergeleitet. Die ganze Vorrichtung ist drehbar in Ansätzen des Trägers 17 gelagert, durch Anheben wird die Bewegung der Welle 8 unterbrochen und die Vor-

richtung stillgesetzt. In dem Zylinder 7 befinden sich die Bohrungen 20 und 21, die durch die Löcher 23 und 24 mit den Räumen 3 und 4 in Verbindung stehen. In ihnen bewegen sich die Kolben 25 und 26, die durch den Hebel 29 miteinander verbunden sind. Der Hebel 29 ist an dem Stift 31 befestigt, der sich in einer Bohrung des Zylinders 7 befindet. Die Bewegung der Kolben 25 und 26 erfolgt dadurch, daß sie an einer schiefstehenden Platte 32 vorbeigeführt werden, die mit dem Deckel 33 fest verbunden ist. Befinden sich die Öffnungen 23 und 24 in Verbindung mit dem Zuführungsraum 3, so wird Viskose angesaugt, sind sie dagegen in Verbindung mit dem Ableitungsraum 4,

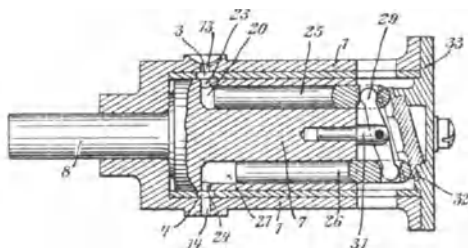


Fig. 224.

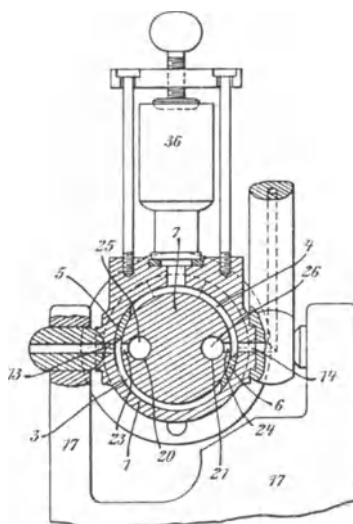


Fig. 225.

so wird Viskose fortgedrückt. Um die Bewegung der Pumpe möglichst gleichmäßig zu machen, ist an den Raum 4 ein Windkessel 36 angeschlossen, der aus Glas besteht, damit man den Stand der Viskose erkennen kann. Statt zweier Kolben können in dem Zylinder 7 auch vier Kolben angeordnet sein.

(Außer den hier wiedergegebenen enthält die Patentschrift 9 Zeichnungen.)

655. S. Courtauld & Co., London, und J. Clayton, Coventry. Verbesserungen an Behältern zur Aufnahme von Fäden besonders für Apparate zum Spinnen künstlicher Seide.

Brit. P. 25 097¹⁹⁰⁸; franz. P. 409 078.

Um bei Spinnöpfen zur Aufnahme von Fäden, die aus Viskose und anderen Zellulosepräparaten gesponnen werden, den Deckel leicht und sicher einsetzen und schnell wieder entfernen zu können, liegt er auf einem im oberen Teil des Spinntopfes umlaufenden Vorsprung auf und wird durch einen darüber gelegten federnden Drahtbügel, der in Nuten am inneren Rande des Topfes eingreift, festgehalten. Wird der Drahtbügel zusammengedrückt, so kann er leicht entfernt werden, worauf der Deckel herausgehoben werden kann. (2 Zeichnungen.)

Nach Henckel von Donnersmarck.

656. Fürst G. Henckel von Donnersmarck, Neudeck in O.-Schl., übertragen auf Verein. Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Pumpe für Maschinen zur Herstellung von Fäden aus Zellulose oder ähnlichen Faserstoffen.

D.R.P. 189139 Kl. 29a vom 5. VII. 1903 (gelöscht); österr. P. 21182 (Société générale de soie artificielle par le procédé Viscose, Brüssel); brit. P. 16605¹⁹⁰³ (Ch. H. Stearn).

Die Pumpe zeichnet sich neben ihrer einfachen Bauart, infolge deren sie leicht gereinigt werden kann, insbesondere auch dadurch aus, daß

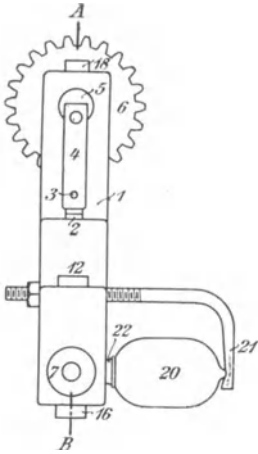


Fig. 226.

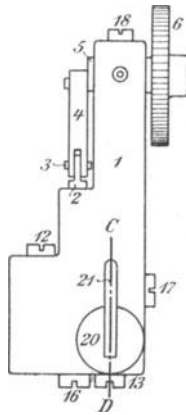


Fig. 227.

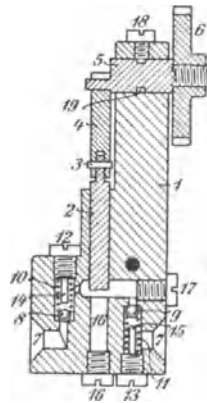


Fig. 228.

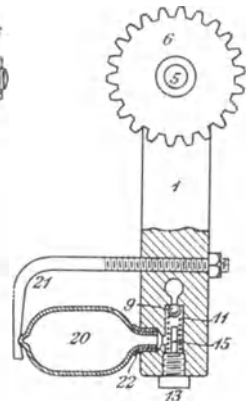


Fig. 229.

die zu pumpende Flüssigkeit unter einem genügend großen Druck so in der Pumpe gehalten werden kann, daß der Eintritt von Luft von außen in die in der Pumpe enthaltene Flüssigkeit verhindert wird. Dies ist bei der Herstellung von Zellulosefäden von großer Wichtigkeit und konnte bei den bisher bekannten Pumpen solcher Art nicht erreicht werden. Nach der vorliegenden Erfindung wird die z. B. aus einer Zelluloselösung bestehende Flüssigkeit unter Druck gesetzt und durch das Einlaßventil in die nach der Erfindung ausgeführte Pumpe mit einem beträchtlichen hohen Druck eingeführt, wobei das Auslaßventil durch einen Gegendruck geschlossen bleibt, der erst durch den mittels des Pumpenkolbens ausgeübten Druck überwunden wird. Sobald der Pumpenkolben zu arbeiten aufhört, wird der Durchfluß der Flüssigkeit unmittelbar durch Schluß des Auslaßventils wieder unterbrochen.

Bei der nach der Erfindung ausgeführten Pumpe können engere Rohre als bisher verwendet werden, durch welche die Flüssigkeit mit großer Geschwindigkeit hindurchgeführt wird. Veränderungen des Widerstandes im Filter, der Dickflüssigkeit, der Temperatur des Bades und des Raumes, des Druckes und der Größe der Durchflußöffnungen beeinträchtigen außerdem nicht die Arbeit, vorausgesetzt, daß die

Geschwindigkeit der Pumpe und der Prozentgehalt an Zellulose gleichbleibend gehalten wird. Um eine gleichmäßige Geschwindigkeit der Flüssigkeit zu erzielen, ist an die Ausflußöffnung der Pumpe ein Windkessel angeschlossen, welcher ungefähr ein siebenmal größeres Fassungsvermögen hat als die Pumpe.

Auf der Zeichnung ist die Pumpe in einem Ausführungsbeispiel dargestellt. Fig. 226 und 227 zeigen die Seitenansichten. Fig. 228 ist ein Vertikalschnitt nach der Linie *A—B* in Fig. 226, und Fig. 229 ein

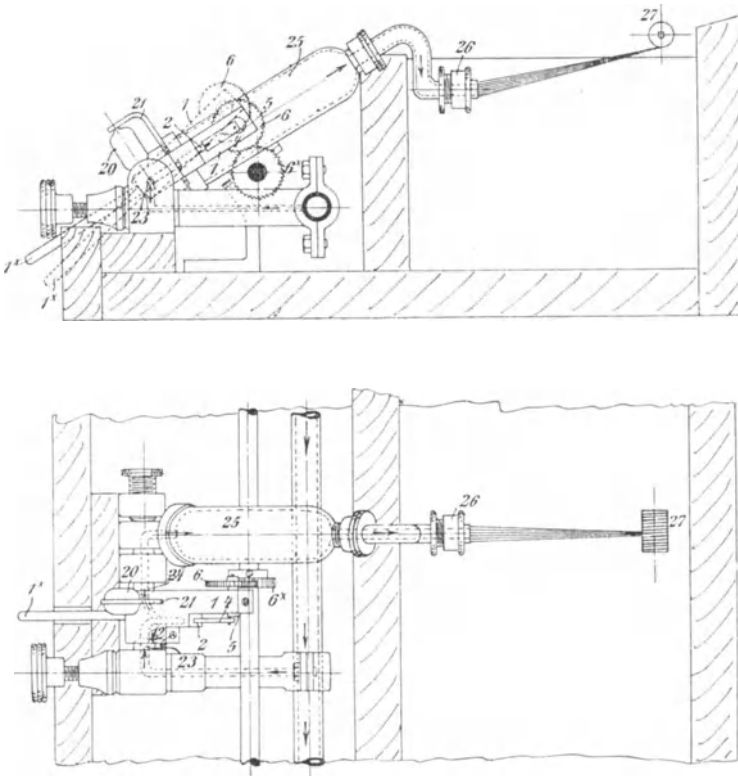


Fig. 230.

Schnitt nach der Linie *C—D* in Fig. 227. Die Fig. 230 zeigt in Seiten- und Oberansicht die Pumpe in Verbindung mit einer Vorrichtung zur Herstellung von Zellulosefäden.

Wie aus Fig. 228 ersichtlich, ist der Pumpenkörper *1* mit einer zylindrischen Bohrung versehen, in welcher der Kolben *2* dicht geführt ist. Dieser Kolben *2* ist mittels eines Zapfens *3* an der Kurbel *4* der Welle *5* befestigt, welche mittels des Rades *6* durch irgendeinen Antrieb *6^x* (Fig. 230) in Umdrehung versetzt wird. Sowohl das Einlaßrohr *23* als auch das die Fadenbildungsvorrichtung *25*, *26*, *27* mit der Zelluloselösung versorgende Ausflußrohr *24* ist je mit einem konischen Ende versehen und mit dem letzteren in den konischen Öffnungen *7* derart

befestigt, daß sie ein Lager für den Pumpenkörper bilden, um welches der letztere gedreht werden kann. Um die Pumpe anzulassen oder anzuhalten, braucht nur durch Drehen des ganzen Pumpenkörpers (z. B. mittels Hebels 1^*) das Zahnrad 6 in oder außer Eingriff mit dem Antrieb 6^* gebracht zu werden. In Fig. 230 ist die Pumpe mit vollen Linien in der eingerückten Lage und mit punktierten Linien in der ausgerückten Lage dargestellt. Die Ein- oder Auslaßventile bestehen, wie aus Fig. 228 und 229 ersichtlich, aus Stahlkugeln 8 und 9 , welche durch die Federn 10 und 11 auf die Ventilsitze gedrückt werden. Der auf die Ventilkugel 8 wirkende Federdruck ist so groß, daß das Ventil sich trotz der Dickflüssigkeit der Lösung schnell schließen kann. Der Federdruck des Auslaßventils 9 ist so bemessen, daß das Ventil bei dem in dem Pumpenraum für gewöhnlich herrschenden Druck geschlossen gehalten und beim Betrieb der Pumpe durch den entstehenden größeren Druck geöffnet wird. Das Eindringen von Luft in die Pumpe wird also durch den im Pumpenraum herrschenden Druck verhindert, unter welchem die Flüssigkeit in die Pumpe eintritt. Dieser Druck ist aber nicht genügend groß, um das Auslaßventil zu öffnen. Die Schrauben 12 , 13 verschließen die Öffnungen, durch welche die Stahlkugeln 8 , 9 in ihre Ventilkammern eingeführt werden, und sind zwecks Führung der Federn 10 , 11 mit Ansätzen 14 , 15 versehen. Durch Abschrauben dieser Schrauben kann das Innere des Pumpenkörpers leicht durch Einführen von Wasser gereinigt werden. Eine Schraube 16 ist noch vorgesehen, um die in der Richtung des Kolbens liegende Öffnung zu verschließen, und durch eine Schraube 17 wird die Öffnung verschlossen, welche in derselben Ebene mit dem zwischen den beiden Ventilkammern vorgesehenen Raum liegt. 18 ist eine Schraube, welche in eine Nut 19 der Welle 5 eingreift, so daß nach Abschrauben dieser Schraube die Welle herausgenommen werden kann. Wie aus obigem hervorgeht, können die einzelnen Teile der Pumpe leicht auseinandergenommen und wieder zusammengesetzt werden.

Wie aus Fig. 226 und 229 ersichtlich, ist an die Austrittsöffnung noch ein Windkessel 20 angeschlossen, welcher durch die einstellbare gebogene Stange 21 festgehalten wird, wobei durch den Dichtungsring 22 ein luftdichter Abschluß des Windkessels erzielt ist. Bei der dargestellten Ausführungsform ist das Auslaßventil durch eine Feder geschlossen gehalten und öffnet sich nach unten. Es ist selbstverständlich, daß die Ventilanordnung auch so abgeändert werden kann, daß das Ventil sich nach oben öffnet und durch ein Gewicht niedergedrückt wird.

Patentansprüche: 1. Pumpe für Maschinen zur Herstellung von Fäden aus Zellulose oder ähnlichen Faserstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß die zu fördernde Flüssigkeit durch das Eintrittsventil unter Druck in die Pumpe eingeführt wird, während das Austrittsventil entgegen diesem Druck durch Federkraft, Gewichte od dgl. geschlossen gehalten und erst beim Betrieb der Pumpe geöffnet wird, um so das Eindringen von Luft in die Pumpe zu verhindern.

2. Pumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein Windkessel an die Auslaßöffnung der Pumpe angeschlossen ist.

3. Pumpe nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Pumpenkörper um die zu der Ein- und Austrittsöffnung führenden Zu- und Ausflußrohre drehbar ist, um das auf der Antriebswelle befestigte Zahnrad in oder außer Eingriff mit seinem Antrieb bringen zu können.

Nach Société générale de soie artificielle par le procédé viscosé.

657. Société générale de soie artificielle par le procédé viscosé, Brüssel. Vorrichtung zum Filtern und Fördern von Zelluloselösungen (Viskose) u. dgl.

Österr. P. 25 175; brit. P. 57661⁹⁰⁵ (Topham).

Die in den Zeichnungen in einer Ausführungsform dargestellte Vorrichtung findet ihre Anwendung bei der Herstellung von Zellulosefäden,

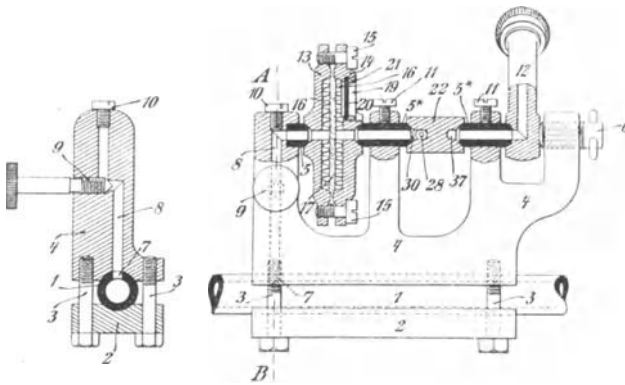


Fig. 232.

Fig. 231.

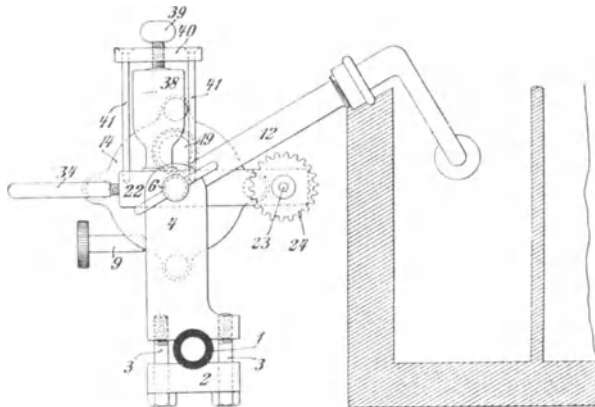


Fig. 233.

künstlicher Seide od. dgl. Fig. 231 zeigt einen Längsschnitt, Fig. 232 einen Querschnitt nach der Linie A—B der Fig. 231, und Fig. 233 eine Seitenansicht von rechts; Fig. 234 veranschaulicht eine Innenansicht

eines Seitenteiles des Filters und Fig. 235 einen Längsschnitt der Pumpe, während Fig. 236 einen darauf senkrechten Schnitt der Pumpe darstellt, teilweise in Ansicht.

In den Fig. 231, 232 und 233 bedeutet *1* ein Rohr, durch welches die unter Druck stehende Viskose durchströmt, und auf diesem Rohre ist mittels eines Klemmstückes *2* und Schrauben *3* eine entsprechende Anzahl von Lagerständern *4* aufgesetzt, von denen jeder eine Vorrichtung, die den Gegenstand der Erfindung bildet, trägt. Jede solche Vorrichtung enthält ein Filter, eine Pumpe und einen Düsenarm, an dessen Ende eine Düse sitzt, durch welche die Viskose in der gewünschten Querschnittsform in die Niederschlagsflüssigkeit gespritzt wird. Der Ständer *4* trägt die Lager, welche die hohlen Zapfen *5*, *5** enthalten, die in entsprechende Lagerausnehmungen des Filters, der Pumpe und des Düsenarmes hineinragen, um diese Teile in Stellung zu erhalten, wenn die Schraube *6* angezogen wird. Selbstverständlich sind die Zapfenstücke *5*, *5** in der Richtung ihrer Längsachse beweglich, und jedes von ihnen enthält eine Längsbohrung als Kanal für die Viskose, welche aus dem Rohre *1* durch eine Öffnung *7* in einen in dem Lagerständer *4* gelegenen Kanal *8* einströmt, wobei das Ventil *9* die Durchflußgeschwindigkeit regelt. Durch Herausdrehen der Schraube *10* kann man zu Reinigungszwecken zum Kanal *8* gelangen. Durch Anziehen der Schrauben *11* werden die unter ihnen befindlichen Zapfenstücke *5** in ihrer Stellung festgehalten, so daß die Schraube *6* gelöst und der Düsenarm *12* entfernt werden kann, ohne daß die Lagerung des Filters und der Pumpe dadurch beeinflußt wird.

Das Filter besteht aus den beiden Teilen *13* und *14*, welche durch Schrauben *15* oder auf andere Weise miteinander verbunden sind. Diese beiden Seitenteile sind mit ringförmigen, schmalen Kämmen *16* versehen, die das Filtermaterial *17* zwischen sich festklemmen, so daß dieses zu einer kompakten Masse wird. Radiale Kanäle *18* (Fig. 234) gestatten der Viskose, in die Räume zwischen diesen ringförmigen Kämmen *16* des einen Seitenteiles *13* zu gelangen, von wo aus sie durch das Filtermaterial *17* in die Räume zwischen den ringförmigen Kämmen des Seitenteiles *14* strömt und schließlich durch radiale Kanäle *18*, ähnlich wie beim Seitenteile *13*, weiter zur Pumpe befördert wird. Um sich überzeugen zu können, ob an der Austrittsseite des Filters der erforderliche Druck herrscht, befindet sich in dem Seitenteile *14* eine Öffnung *19*, welche durch eine Membrane *20* aus Gummi oder anderem biegsamen Stoff, die durch einen Schraubring *21* festgehalten wird, verschlossen ist. Solange an der Austrittsseite des Filters der gewünschte Druck erhalten ist, drückt die Viskose auf die Innenseite dieser Membrane *20* und spannt sie, so daß sie sich bei der Berührung hart anfühlt. Wenn das Filter verstopft ist, oder wenn die Pumpe die Viskose rascher abzieht, als sie durch das Filter hindurchtreten kann, wird die Membrane *20* nach innen gezogen und wird sich bei Berührung mit dem Finger weicher anfühlen, so daß man sich jederzeit vergewissern kann, ob die Vorrichtung ordnungsgemäß wirkt oder nicht. Das Filter kann entweder so verwendet werden, wie es in den Figuren dargestellt ist;

es kann aber auch zwischen Pumpe und Düse eingeschaltet werden, oder man kann zu beiden Seiten der Pumpe je ein Filter anordnen.

Der Pumpenkörper 22 (Fig. 235 und 236) trägt eine Kurbelwelle 23, die durch das in irgendeiner Weise angetriebene Zahnrad 24 in Umdrehung versetzt wird. Die Welle 23 ist in einer Lagermuffe gelagert, die durch die Schraube 25 in ihrer Stellung festgehalten wird, und trägt einen exzentrisch angeordneten Kurbelstift 26, der durch die Schubstange 27 mit dem Plunger 28 verbunden ist, der in einer Hülse 29 geführt wird und in den Raum 30 hineinragt, in welchen die Viskose unter Druck eintritt. In der Richtung der Längsachse des Plungers 28 ist die Kammer oder der Kanal 31, an deren oder dessen Ende das Druckventil 32, welches durch eine Feder 33 auf seinen Sitz festgedrückt wird, angeordnet ist. Die Feder 33 stützt sich mit ihrem anderen

Ende gegen die Schraube 34, die in den Pumpenkörper 22 eingeschraubt ist, so daß durch Herausdrehen der Schraube 34 das Druckventil aus dem Pumpenkörper entfernt werden kann. Durch teilweises Zu-

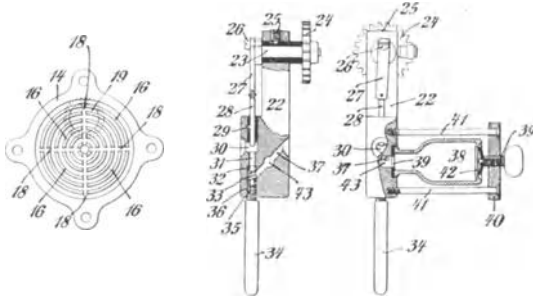


Fig. 234.

Fig. 235.

Fig. 236.

rückziehen der Schraube 34 gelangt die ringförmige Nut 35 außerhalb des Pumpenkörpers, und Unreinigkeiten können dann durch die Längsnuten 36 und die genannte ringförmige Nut 35 nach auswärts gelangen. Die Spannkraft der Feder 33, die auf das Ventil 32 wirkt, ist höher als die, mit welcher die Viskose in die Pumpe eintritt. Der Plunger 28 treibt die Viskose durch das Druckventil 32 und durch den Kanal 37 zum Düsenarme und zu den Einrichtungen, durch welche die Viskose in die gewünschte Form gebracht wird.

Als Beispiel mag angeführt werden, daß die Viskose unter einem Druck von 1,7 kg/qcm in die Pumpe gelangt, und das Druckventil 32 erfordert zu seiner Eröffnung einen Druck von 3,3 kg/qcm, entgegen der Kraft der Feder 33; dabei ist der Hub des Plungers 28 um ein Drittel länger als der Kanal 31 und wird um ein Drittel rascher angetrieben als die eintretende Viskose Strömungsgeschwindigkeit hat. Die durch den Plunger 28 in den Kanal 31 gepreßte Viskose strömt durch das Ventil 32 mit großer Kraft und spült alle dort angesammelten Verunreinigungen hinweg.

Der Windkessel 38, der in Fig. 236 die Form einer Flasche besitzt, wird mittels einer Schraube 39, die durch das durch die Stiftschrauben 41 getragene Querstück 40 hindurchgeht, und die Feder 42 festgeklemmt, so daß die Mündung dieses Windkessels 38 an dem die Öffnung 43 umgebenden elastischen Ring 39 dicht anliegt. Durch diese Öffnung 43

steht der Windkessel mit dem Kanal 37 in Verbindung. Der Windkessel kann leicht entfernt und gereinigt werden, was stets von Zeit zu Zeit geschehen soll, um zu vermeiden, daß allenfalls in ihm zurückbleibende Viskose fest wird, so daß losgelöste Teile davon die Wirkungsweise der Düsen und damit der ganzen Einrichtung ungünstig beeinflussen.

Nach Leclair.

658. Ch. C. Leclair. Regelungsvorrichtung für konstanten Flüssigkeitszufluß zu Leitungen, deren Querschnitt wechselt.

Franz. P. 399 727.

In dem Zylinder 1, Fig. 237, befindet sich die zu verspinnende Flüssigkeit, und in ihm bewegt sich der Kolben 2 geradlinig auf der Achse 3, die durch die Räder 18, 19 und 20 gedreht wird, wenn die in dem Ansatz 23 sitzende Feder 28 den Kolben 25 mit dem halbkugligen Ende 26

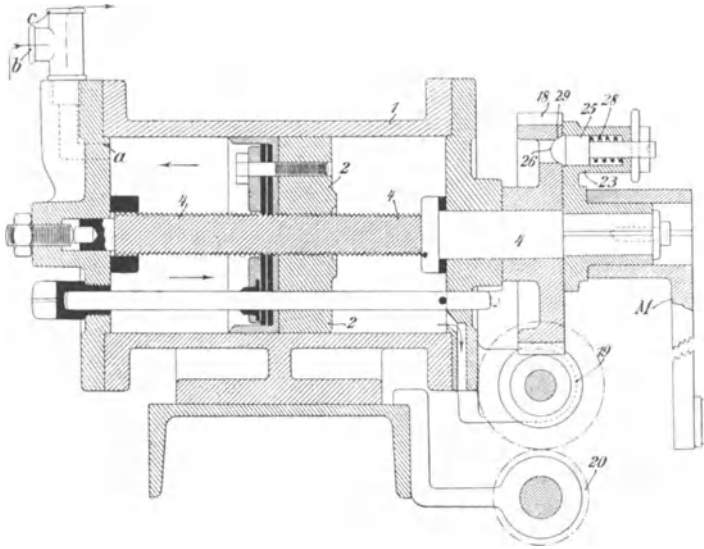


Fig. 237.

auf den Sitz 29 drückt und dadurch 18 und 23 kuppelt. Wird der Kolben 2 nach links verschoben, so fließt die zu verspinnende Flüssigkeit durch a und c aus. Ist 2 links am Ende seines Weges angelangt, so wird durch Zusammendrücken der Feder 28, 26 von seinem Sitze gehoben und die Kupplung zwischen 4 und den Rädern 18, 19, 20 gelöst. Durch Drehen an dem Griff M wird nun, nachdem c verschlossen worden ist, 2 nach rechts verschoben und dabei durch b neue Spinnflüssigkeit nach 1 gesaugt. Ergibt sich beim Verspinnen oder der Bewegung des Kolbens 2 nach links ein abnormer Widerstand, so wird 26 von seinem Sitze abgehoben und 4 dadurch stillgesetzt.

659. Ch. C. Leclair. Drehbare oder feste Spinnvorrichtung für künstliche Seide mit Anordnung zum Reinigen der Spinnöffnungen.

Franz. P. 406 724.

Das Patent betrifft eine Vorrichtung, bei der die Spinnöffnungen durch hin- und hergehende Nadeln dauernd offengehalten werden und ein hohler Faden¹⁾ erzielt wird. Die zu verspinnende Viskose oder andere geeignete Lösung tritt bei feststehender Spinnvorrichtung durch Rohr 14 (Fig. 238) ein, geht durch die Aussparungen 15 der Platte 3 hindurch und tritt durch die Löcher *a* des Spinnkopfes 1 aus. Die Löcher *a* sind in einem Kreise angeordnet und werden dauernd durch die Nadeln 2 offen gehalten, die in der Platte 3 befestigt sind. Die Platte 3 erhält durch die Stange 6 mit der Öse 7 und die Achse 9 mit dem Exzenter 8 von dem Rade 10 her eine hin- und hergehende Bewegung. Die Bewegung der Nadeln 2 kann verändert werden. Bei einer beweglichen Spinnvorrichtung erhalten die Nadeln 2 (Fig. 239) ihre hin- und hergehende Bewegung durch die unter Federwirkung stehende schräge

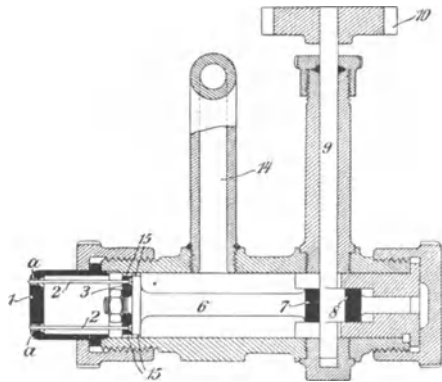


Fig. 238.

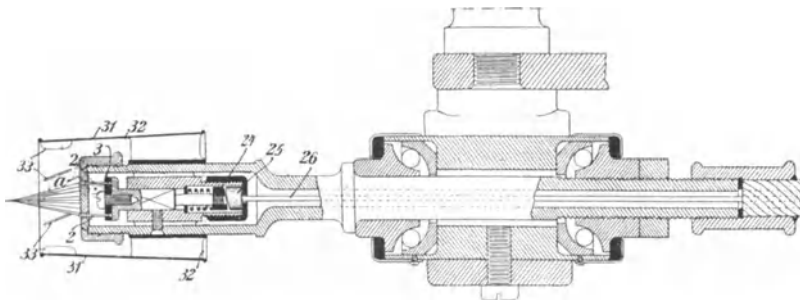


Fig. 239.

Fläche 24, die von der Fläche 25 durch die sich drehende Achse 26 hin- und hergeschoben wird. Um den Spinnkopf ist ein Mantel 31 angeordnet, welcher Flügel 32 und 33 trägt und die Fällflüssigkeit dauernd in Bewegung hält, um eine kräftige Einwirkung auf die gefällten Fäden zu erzielen. (Die Patentschrift enthält 3 weitere Zeichnungen.)

¹⁾ Hohle Kunstseidenfäden erwähnt bereits die brit. Patentschrift 12 879¹⁸⁹⁹ (Dr. J. Stark, Bayerische Glühlampen-Fabrik G. m. b. H., E. M. Reisinger und G. Lüdecke, München). Vgl. ferner S. 849 ff.

Nach dem

660. Zusatzpatent 11 840

werden flache, prismatische oder gewellte Fäden hergestellt, und es werden zu diesem Zwecke Spinnöffnungen von recht- oder vieleckigem Querschnitt und flache oder prismatische Nadeln verwendet, deren Querschnitt, falls es erforderlich ist, mit der der Spinnöffnungen übereinstimmt, jedoch immer so viel Spielraum läßt, daß die Spinnlösung frei um die Nadel ausfließen kann. Zur Erzeugung gewellter Fäden erhält die Spinnöffnung schraubengangartige Windungen. Durch verschiedene Kombination lassen sich die mannigfaltigsten Wirkungen erzielen. (10 Zeichnungen.)

661. Ch. C. Leclaire. Vervollkommnungen an Vorrichtungen zum Spinnen künstlicher Fäden.

Franz. P. 414 520.

Der Antrieb der Zuführungspumpe für die Viskose erfolgt durch eine Wasserturbine, die gleichzeitig den Spinnkopf in Umdrehung versetzt. (3 Zeichnungen.)

662. Ch. C. Leclaire. Spinntopf zur Herstellung künstlicher Seide

Franz. P. 425 953.

Der Spinntopf besteht aus Ebonit oder einem anderen leichten, von Säuren nicht angreifbaren Stoff und ist durch eine Metalleinlage, z. B. aus Aluminium, verstärkt. Der Deckel des Spinntopfes ist am Rande mit radialen Bohrungen versehen, in denen Kugeln liegen, die durch Federn nach außen gedrückt werden. Die Kugeln greifen in eine Nut im Rande des Spinntopfes und halten dadurch den Deckel fest. (1 Zeichnung.)

663. Ch. C. Leclaire. Spinnvorrichtung zur Herstellung gewirnter künstlicher Fäden.

Franz. P. 431 681.

Bei der Vorrichtung dreht sich die die Viskose oder eine andere zu verspinnende Flüssigkeit zuführende Röhre mit derselben Geschwindigkeit und in demselben Sinne wie das mit der Fällflüssigkeit gefüllte Gefäß, welches die aus der Spinndüse austretenden Fäden durchlaufen müssen. Die Fällflüssigkeit ist auf diese Weise den aus der Spinndüse austretenden Flüssigkeitsstrahlen gegenüber bewegungslos, erreicht sicher alle Teile der Flüssigkeitsstrahlen in dem Maße, wie diese sich bilden, und wirkt auf alle Fäden ebenso stark ein, als wenn die Spinndüse fest wäre. Die Fällflüssigkeit wird dauernd zugeführt und gelangt in das sie aufnehmende Gefäß von der Mitte der Spinndüse aus. Durch Zentrifugalkraft getrieben, erreicht sie sicher alle Flüssigkeitsstrahlen bei ihrem Austritt aus der Spinndüse. Die Spinnvorrichtung (Fig. 240) sitzt auf der drehbaren Welle 4, die mittels des Reibungskegels 3 mit der sich drehenden Welle A gekuppelt werden kann. Ein- und Ausrücken

erfolgt mittels des Hebels 9 und der Gabel 8, die an dem Stift 7 angreift. Die Welle 4 ist in ihrem oberen Teil mit einer Längsbohrung versehen, an ihrem oberen Ende trägt sie die Spinndüse 5 und das Gefäß für die Fällflüssigkeit 6. Die Fällflüssigkeit wird von der Leitung 16 aus durch das hohle Rohr 12 dem Innern der Spinndüse zugeführt. Die Spinnöffnungen liegen in einem Kreise und werden durch Löcher 14 gebildet. Die zu verspinnende Flüssigkeit wird von der Leitung 19 über die Bohrung 17 zu den Spinnöffnungen geleitet,

die Fällflüssigkeit tritt durch Öffnungen aus, die konzentrisch zu den Löchern 14 angeordnet sind. Das Gefäß 6 hat einen abnehmbaren Deckel 21, der in der Mitte ein Loch 22 hat, welches kleiner als die Spinndüse ist und zum Durchtritt des Fadenbündels dient. Der innere Rand des Deckels schließt durch eine Gummidichtung dicht mit der Wand des Gefäßes 6, der äußere Rand 25 hat einen Überlauf nach dem festen Gefäß 26 oder nach einem Ablauf, der sich um 6 herumzieht und durch das Rohr 27 mit dem Behälter für die Fällflüssigkeit in Verbindung steht. Gearbeitet wird in folgender Weise: Während Spinndüse und Gefäß 6 sich nicht drehen, läßt man die Viskose durch die Löcher 14 austreten und Fällflüssigkeit durch das Rohr 12 nach 6 fließen. Es bildet sich in 6 ein Fadenbündel, das man durch die Öffnung 22 des Deckels 21 herauszieht und auf die Spule wickelt. Nach

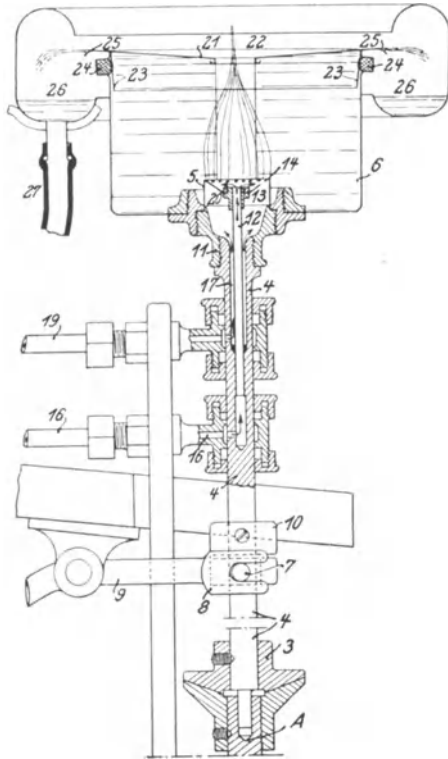


Fig. 240.

Aufsetzen des Deckels 21 auf die Dichtung 24 ergießt sich die aus der Öffnung 22 austretende Fällflüssigkeit in den äußeren festen Behälter 26 und geht zum Gefäß für die Fällflüssigkeit zurück. In diesem Augenblick kuppelt man 4 und 3, und die Spinndüse sowie das Gefäß 6 beginnen sich mit derselben Geschwindigkeit zu drehen. Die Fällflüssigkeit befindet sich so den aus den Löchern 14 austretenden Viskosefäden gegenüber in Ruhe, erreicht sie gleichmäßig während ihres Ganges von der Mitte der Spinndüse nach der Peripherie und vom Niveau der Spinndüse zu der Öffnung 22. Diese innige Berührung der Fällflüssigkeit mit den Viskosefäden ist zur Bildung der Fäden, ehe sie nach 22 gelangen, sehr nützlich.

Nach Lequeux.**664. G.-A.-N. Lequeux.** Entkupplungsvorrichtung für den Pumpenkolben bei Viskosespinnmaschinen.

Franz. P. 415 619.

Der Kolben der die Viskose nach den Spinn Düsen treibenden Pumpe wird durch eine Schraubenspindel verschoben. Ist der Kolben am Ende der Bewegung angelangt, durch die der Pumpenzylinder entleert ist, so wird der Abflußhahn geschlossen und der Zuflußhahn geöffnet. Gleichzeitig wird durch Öffnen eines Spannschlusses die Verbindung zwischen Schraubenspindel und Pumpenkolben gelöst. Die durch den Zuflußhahn in den Pumpenzylinder eintretende, unter Druck stehende Viskose treibt den Pumpenkolben in die Anfangsstellung zurück. In ihr wird er wieder mit der Schraubenspindel gekuppelt. (7 Zeichnungen.)

Nach Catala.**665. V. Catala.** Vorrichtung zum Verspinnen viskoser Flüssigkeiten, besonders von Viskose.

Franz. P. 430 876.

Die zu verspinnende Flüssigkeit gelangt aus dem Behälter *A* (Fig. 241) unter geringem Druck durch das mit Hahn versehene Rohr *a* nach dem

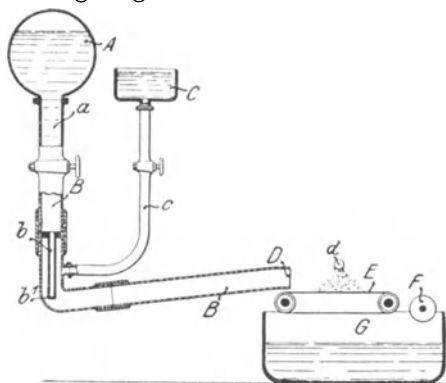


Fig. 241.

aus Glas bestehenden Raum *B* und tritt durch die Spinnöffnung *b'* aus. Etwas oberhalb von *b* wird die Fällflüssigkeit von dem Behälter *C* aus durch das Rohr *c* zugeführt. Der gebildete Faden geht durch das knieförmig gebogene Rohr *B* weiter und gelangt bei *D* auf das aus Metall, z. B. Aluminium, bestehende Transportband *E*, auf dem er ausgewaschen wird. Die aus *d* zuströmende Waschflüssigkeit wird in dem Behälter *G*

aufgefangen und u. U. wiederverwendet. Der Faden wird dann auf der Walze *F* aufgewickelt.

Nach Denis.**666. M. Denis, Mons, Belgien.** Maschine zum ununterbrochenen Spinnen, Waschen und Trocknen von Viskosefäden.

D.R.P. 342 092 Kl. 29a vom 8. VII. 1920 (Prior. Belgien 8. VIII. 1913), (gelöscht); franz. P. 497 473; brit. P. 125 394; Ver. St. Amer. P. 1 048 350; belg. P. 259 219.

Die Erfindung bezieht sich auf Maschinen, bei welchen der Faden beim Austritt aus jeder Düse innerhalb eines den Auslaßstutzen der Düse umgebenden Reagenzglases in ein Koagulationsbad gespritzt wird,

welches im Sinne des Fadenganges einen Kreislauf ausführt. Gemäß der Erfindung soll nun dieses das Koagulationsbad einschließende Regenzglas mit Bezug auf die Düse Führungen entlang vertikal verstellbar werden können, so daß die Länge des Durchlaufs des Fadens durch das Bad geregelt werden kann, was für eine gute Koagulierung des Fadens

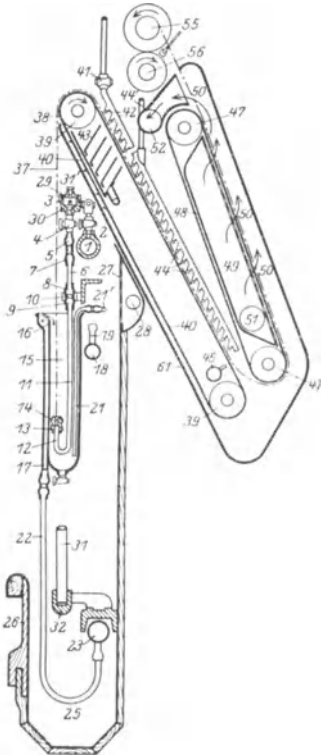


Fig. 242.

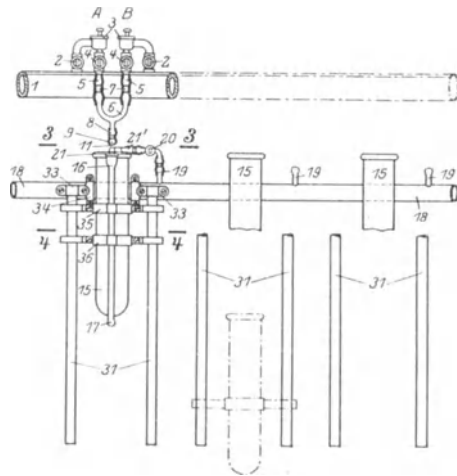


Fig. 243.

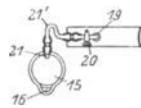


Fig. 244.



Fig. 244 a.

von wesentlicher Bedeutung ist. Diese Anordnung ermöglicht auch den Arbeitern, in bequemer Weise bei Beginn der Fabrikation die Fäden zu sammeln und im Bedarfsfalle die Düsen leicht und schnell zu reinigen, abzunehmen oder zu ersetzen. Die Erfindung bezieht sich ferner auf die Weiterleitung der Fäden bis zum Trocknen, und neu ist auch die besondere Anordnung der Filter.

Auf der Zeichnung ist der Gegenstand des Erfindung beispielsweise veranschaulicht.

Fig. 242 ist ein senkrechter Schnitt durch die Maschine, Fig. 243 ist eine teilweise Vorderansicht, Fig. 244 und 244 a sind wagerechte Schnitte nach den Linien 3-3 bzw. 4-4 nach Fig. 243. Eine Speiseleitung 1 führt unter geeignetem Druck, geeigneter Temperatur und Konzentration die Viskoselösung zu einer jeden der Düsen. Zwischen dieser Leitung und jeder Düse ist ein Doppelfilter für die Lösung angeordnet,

so daß die etwa vorhandenen Unreinlichkeiten zurückgehalten werden, bevor sie in die Düsen eintreten. Jedes Filter umfaßt 2 Filtergruppen *A* und *B* (Fig. 243), so daß für die entsprechende Düse eine ständige Wirkung sichergestellt ist. Die eine der beiden Gruppen versorgt die Düse, während die andere außer Betrieb gesetzt wird, um das schmutzige Filter auszuwechseln, welches sie enthält. Jede der beiden Filtergruppen *A* und *B* besteht aus einer Filterkammer *3*, die mit der Speiseleitung *1* durch ein Verbindungsrohr mit Hahn *2* in Verbindung steht und andererseits zu der entsprechenden Düse durch ein Verbindungsrohr mit Hahn *4* führt. Jede Filterkammer *3* besitzt einen zylindrischen Behälter, der an seinem oberen Teil durch eine Gewindekappe *29* geschlossen und an seinem unteren Teil mit einem Gewinding *30* versehen ist, der die Filterscheibe festhält. In der Kappe *29* befindet sich eine mit Spitze versehene Schraube *31'*, die beim Ingangsetzen des Filters vor der Öffnung des Hahnes *4* geöffnet wird, um ein Ausblasen der gegebenenfalls in den zylindrischen Behälter bei dem Auswechseln des Filters eingedrungenen Luft zu gestatten. Die beiden Verbindungsleitungen mit Hähnen *4*, welche von den beiden Filterkammern *3* herkommen, gehören zu jeder der Düsen. Sie sind mit Verbindungsstutzen aus Hartgummi *5* versehen, die durch Gummimuffen *7* an ein V-förmiges Rohr angeschlossen sind, welches ebenfalls mit einem Stutzen *8* versehen ist, der durch eine Gummimuffe *10* (die ihrerseits an einem Halter sitzt, der einstellbar ist und die ganze Einrichtung in ihrer Stellung erhält, Fig. 242) mit dem Stutzen *9* eines Glasrohres *11* von geeigneter Länge in Verbindung steht. An dem mit Gewinde versehenen Ende des Glasrohres ist dicht eine Hartgummimuffe *13* aufgeschraubt, welche die Düse *14* trägt. Der Viskosefaden taucht unmittelbar nach Verlassen der Düse *14* in ein Koagulationsbad ein, welches sich in dem Glasbehälter *15* befindet. Dieser hat die Form eines Reagenzglases von geeigneter Länge, besitzt bei *16* einen Überlauf, der bei *17* mit einem Gummischlauch *22* verbunden ist, der seinerseits zu einem Sammelrohr *23* führt. Ein Gehäuse *25* in Form eines Kamins, der mit einem abnehmbaren Teil *26* versehen ist, bildet den Fuß der Vorrichtung. Eine Leitung *18* dient zur Zuführung des Koagulationsbades, welches in den verschiedenen Behältern *15* sich befindet, die den einzelnen Düsen entsprechen. Diese Leitung *18* ist mittels Stutzen *19* (Fig. 243 und 244) mit Hähnen *20* und einem knieförmigen Rohr *21'* für jede Düse mit einem Rohr *21* verbunden, welches in den entsprechenden Behälter *15* eintaucht. Man kann auf diese Weise die Stellung eines jeden Rohres *21* in dem zugehörigen Behälter *15* regeln. Über und hinter den Düsen *14* sind zwei Zylinder oder Walzen *39*, am besten aus Aluminium, angeordnet. Auf diesen läuft mit geeigneter Geschwindigkeit ein endloses Metallgewebe *40*, welches dünn und zweckmäßig aus Aluminium hergestellt ist. Auf diesem sind in gewissen Abständen voneinander Häkchen *38* befestigt, die den Zweck haben, die aus den Düsen *14* kommenden Fäden aufzunehmen. Ein Rohr mit Hahn *41* versorgt Abflußstutzen *42*, die den Zweck haben, auf das endlose Gewebe *40* eine geeignete Flüssigkeit zu spritzen. Diese wird nach ihrem Durchgang durch das Gewebe *40* durch eine Reihe von

Trögen 43 gesammelt, um gegebenenfalls regeneriert und von neuem benutzt zu werden. Eine zweite Reihe von Ausflußstutzen 44 wird durch ein Rohr 44' gespeist und dient dazu, eine andere Flüssigkeit gegen das endlose Gewebe zu spritzen. Im Innern dieses Gewebes und nahe dem Unterende ist ein anderer Stutzen 45 angeordnet, der einen Flüssigkeitsstrahl in umgekehrter Richtung gegenüber den anderen Strahlen auf das endlose Gewebe 40 richtet. Ein zweites endloses Metalltuch 48, ähnlich dem vorhergehend beschriebenen, läuft über Walzen oder Zylinder 47, die mit geeigneter Geschwindigkeit gedreht werden. Zwischen den beiden Bahnen dieses endlosen Gewebes ist ein Blechgehäuse 49 angeordnet, dessen Hinterwand 50 durchlocht ist und im Sinne der Pfeile (Fig. 242) heiße Luft austreten läßt, die durch eine Leitung 51 zugeführt und durch einen Ventilator, der mit dem Rohr 52 in Verbindung steht, abgesaugt wird. Oberhalb dieses endlosen Gewebes 48 ist eine Scheibe 55 angeordnet, welche eine Spule mit Fadenführer trägt. Diese Scheibe 55 wird durch Reibung von einem Zylinder 56 mitgenommen. Die durch die Stutzen 44 und 45 auf das endlose Gewebe 40 gespritzten Flüssigkeiten werden durch ein Blechgehäuse 61 aufgenommen, welches die endlosen Gewebe 48 und 40 umgibt.

Die Wirkungsweise der Maschine ist folgende: Die Flüssigkeit, welche das Koagulationsbad bildet, wird mit der erforderlichen Temperatur, Konzentration und in der nötigen Menge aus der Speiseleitung 18 dem unteren Teil jedes Behälters 15 zugeführt. Diese Koagulationsflüssigkeit erfüllt den Behälter bis zur Höhe des Überlaufrohrs 16, fließt alsdann über und ergießt sich durch die Rohre 17 und 22 in das Sammelrohr 23, von wo sie nach Reinigung, Regeneration und Wiedererwärmung der Leitung 18 von neuem zugeführt wird. Dieses Koagulationsbad führt also, indem es den Koagulationsbehälter 15 in dem gleichen Sinne wie der Viskosefaden durchläuft, einen geschlossenen Kreislauf aus, in welchem es gereinigt, regeneriert und auf die gewünschte Temperatur gebracht wird. Die Viskoselösung, die durch das Rohr 1 mit der erforderlichen Temperatur, Konzentration und unter dem nötigen Druck zugeführt wird, wird in dem Filter 3 der Filtergruppe A oder B gereinigt, je nachdem die eine oder die andere in Wirkung ist. Die Lösung geht alsdann durch das Verbindungsrohr 6, das Rohr 11, 12 in das Verbindungsrohr 13, welches die Düse 14 trägt. Sie wird von hier in das Koagulationsbad in dem Behälter 15 gespritzt. Wenn es sich darum handelt, eine Düse 14 abzunehmen, zu reinigen und zu ersetzen oder die Fäden zu Beginn der Fabrikation zu sammeln, so wird der Behälter 15 so weit gesenkt, daß oberhalb der Düse 14 sich nur eine geringe Schicht der Koagulationsflüssigkeit befindet. Der Arbeiter kann hierbei von Hand den Anfang des Fadens ergreifen. Zu diesem Zweck wird der Glasbehälter 15 (Fig. 243) von 2 Aluminiumringen 35 und 36 getragen, die an Führungen aus Aluminium oder aus Glas 31 gleiten, die von Muffen 33 an der Leitung 18 festgehalten werden. Die Vorrichtungen für die Zuleitung und Entfernung der Koagulationsflüssigkeiten sind derart, daß der Behälter 15 in die in punktierten Linien in Fig. 243 dargestellte Lage gesenkt werden kann, ohne daß die darin befindliche Flüssigkeit überfließt. Er kann

auch in einer bestimmten Lage gehalten werden, welche den Durchgang in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit regelt und infolgedessen die Dauer des Aufenthaltes des Viskosestrahles in der Koagulationsflüssigkeit bestimmt. Sobald der Faden 37, der aus den Düsen 14 kommt, den Sammelorganen 38 zugeführt worden ist, wird der Behälter 15 in diejenige Stellung gehoben, in welcher der Faden lange genug das Koagulationsbad durchläuft. Die entstehenden schädlichen Dämpfe werden durch ein durchlochstes Blech 27 mit Hilfe einer Rohrleitung 28 abgesaugt, die mit irgendeinem Ventilator in Verbindung steht. Der Faden 37, der durch die Vereinigung der Einzelfäden entsteht, die aus den verschiedenen Düsen 14 austreten, wird an einem der Haken 38 auf dem endlosen Metallgewebe 40 befestigt und wird mit diesem je nach der bestimmten Geschwindigkeit mitgenommen. Die Längen der Metallgewebe 40 und 48 werden erfahrungsgemäß festgelegt, so daß eine vollständige Koagulation, Waschung und Trocknung des Fadens erzielt wird. Die Stützen 42 können, wenn das erste in dem Behälter 15 enthaltene Koagulationsbad nur eine ungenügende Wirkung hat, auf den Viskosefaden, wenn er auf dem endlosen Metalltuch 40 sich bewegt, auf einer bestimmten Länge und in bestimmter Anzahl eine geeignete Flüssigkeit spritzen, um die Koagulation zu vervollständigen. Diese Flüssigkeit wird zum Teil zwecks Regeneration in den Trögen 43 gesammelt. Die Stützen 44 waschen in geeigneten Abständen und für geeignete Dauer den verhärteten Faden. Der aus dem Innenstutzen 45 austretende Strahl löst den Faden von dem Metallgewebe 40 ab und begünstigt den Lauf des Fadens von diesem Gewebe 40 auf das endlose Gewebe 48, wo der Faden mit Hilfe eines warmen Luftstromes getrocknet wird, der durch die Leitung 51 in dem Gehäuse 49 zugeführt wird. Der Faden wird schließlich auf die Spule 55 aufgewickelt.

Patentansprüche: 1. Maschine zum ununterbrochenen Spinnen, Waschen und Trocknen von Viskosefäden, bei welcher der Faden beim Austritt aus jeder Düse innerhalb eines den Auslaßstutzen der Düse umgebenden Reagenzglases in ein Koagulationsbad eingespritzt wird, das im Sinne des Fadenganges einen Kreislauf ausführt, dadurch gekennzeichnet, daß dieses Reagenzglas (15) mit Bezug auf die Düse (14) Führungen (37) entlang senkrecht verschiebbar ist, so daß die Länge des Durchlaufs des Viskosefadens durch das Koagulationsbad regelbar ist.

2. Maschine nach Anspruch 1, bei welcher der Viskosefaden beim Verlassen des Koagulationsbades an ein endloses Metallgewebe angehakt wird, dadurch gekennzeichnet, daß der mit Koagulierungs- und Waschlösung besprengte Faden durch einen in entgegengesetzter Richtung wirkenden Flüssigkeitsstrahl (45) von dem Gewebe gelöst und durch einen heißen Luftstrom, der durch ein zweites, den Faden tragendes Metallgewebe (48) hindurchgesaugt wird, getrocknet wird.

3. Maschine nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Zuleitung (1) für die Viskoselösung und jeder der Düsen (14) ein Doppelfilter (A, B) angeordnet ist, von denen das eine zeitweise außer Betrieb setzbar ist, um das Filter zu erneuern, während eine fortgesetzte Filtration der Lösung durch die andere Gruppe geschieht.

Nach Stulemeyer.**667. C. L. Stulemeyer, Breda, Holland.** Vorrichtung zur Herstellung von Viskoseseide.

D.R.P. 331 513 Kl. 29a vom 26. X. 1919 (gelöscht); brit. P. 142 038; schweiz. P. 89 210 (N. V. Hollandsche Kunstzijde Industrie); franz. P. 506 787; niederl. P. 6010; schwed. P. 50 864; norweg. P. 33 733; österr. P. 89 045.

Die Ziehplatte und der Ziehplattenhalter werden aus Molybdän hergestellt. Molybdän ist ein verhältnismäßig billiges Metall, das sämtliche für den Zweck erforderlichen chemischen und mechanischen Eigenschaften besitzt. Es ist sowohl gegen die Einwirkung von Alkalien wie von Säuren beständig, wodurch auch eine Verstopfung der Ziehplattenöffnungen praktisch vollständig vermieden wird; weiter kann es, in dünneren Plättchen hergestellt, einen viel größeren Druck aufnehmen als Platin, so daß eine Ziehplatte aus Molybdän in viel geringerem Maße Verbiegungen ausgesetzt ist als eine aus Platin gefertigte Ziehplatte. Angesichts dessen, daß Molybdän sich sowohl für die Herstellung der Ziehplatte wie für die des Halters und der Verbindungsmittel eignet, kann man die Vorrichtung dadurch vereinfachen, daß man den Nippelteil und den Halter beispielsweise durch Gießen in einem Stück herstellt.

Patentsanspruch: Vorrichtung zur Herstellung von Viskoseseide, bei der die Viskose durch eine Ziehplatte in das Spinnbad gebracht wird, dadurch gekennzeichnet, daß sowohl die Ziehplatte als auch der Ziehplattenhalter (Zuführungsröhrchen) aus Molybdän hergestellt sind.

Nach Sinclair.**668. H. Sinclair, Gembloux, Belg.** Künstliche Seide.

Brit. P. 157 111 vom 8. I. 1921; franz. P. 529 553.

Kontrollpumpen werden nicht verwendet, statt ihrer ist zwischen das letzte Filterelement und die Spinndüse ein Reservoir geschaltet, aus dem die Viskoselösung durch Druckluft ausgetrieben wird. Die 3 Reservoirs jeder Maschine werden in der Weise beschickt, daß eine Viskose zuführt, das zweite zum Spinnen fertig beschickt und das dritte gefüllt wird. Jedes Reservoir ist in der Mitte zylindrisch und oben und unten kegelförmig. Beim Arbeiten wird darauf gehalten, daß die Flüssigkeitsspiegel in den kegelförmigen Teilen liegen und dadurch nur mit einer kleinen Fläche der Luft ausgesetzt sind. An die kegelförmigen Teile sind auch die Zuführungsleitung für die Preßluft und die Zu- und Ableitung für die Viskose angeschlossen; die Zuleitung für die frische Viskose liegt höher als die Ableitung, so daß eine frische Charge nicht mit Resten einer alten verunreinigt werden kann. Unmittelbar vor jeder Spinndüse ist eine Kontrollvorrichtung angebracht, um die Spinnlösungszufuhr konstant und unabhängig von der Temperatur des Spinnbades zu machen. Sie besteht aus einer Platte mit einer Öffnung, deren Größe der Summe der Spinnöffnungen der Düse entspricht. Diese Platte wird an der Zuführungsröhre für die Spinnlösung durch eine Überwurfmutter befestigt. Um beim Waschen, Bleichen und Trocknen möglichst gleichmäßige Ergebnisse zu erzielen,

werden die Kunstseidesträhne während aller dieser Behandlungsweisen von Spulen gehalten, die gedehnt werden können. Sie bestehen aus Stäben, welche kranzförmig angeordnet sind und durch in die Enden eingesetzte Scheiben mehr oder weniger auseinandergetrieben werden. Das Waschen auf diesen Spulen erfolgt von innen nach außen, ebenso wird getrocknet. (Zeichnungen.)

Nach Prims.

669. Jos. C. Prims, Hornell, N. Y. Apparat zum Spinnen künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 371 113 vom 8. III. 1921.

Das oben Ansätze mit Spinndüsen tragende Rohr, durch welches die Viskose zugeführt wird, kann in Umdrehung versetzt werden. Die Spinndüsen liegen innerhalb eines oben offenen Zylinders, um welchen ein zweiter feststehender Zylinder angebracht ist. Die Fällflüssigkeit wird unten in den äußeren Zylinder eingeleitet, durch besondere Bohrungen gelangt sie aber auch in den inneren, sich mit den Spinndüsen drehenden Zylinder. In ihm macht sie die Drehbewegung der Düsen mit und verhindert auf dem kurzen Weg des inneren Zylinders einen zu starken Zug auf die frischgefällten Fäden. Oberhalb des inneren Zylinders ist in den äußeren Zylinder ein Gummiring eingesetzt, um schädliche Bewegungen oberhalb des inneren Zylinders auszuschalten. (4 Zeichnungen.)

Nach Moriondi.

670. Ch. Moriondi. Verfahren zum Spinnen von Viskosekunstseide.

Franz. P. 580 383 vom 25. III. 1924 (Prior. Ital. 27. III. 1923).

Bei den bekannten Verfahren, bei denen der Faden nach seiner Bildung durch ein Fällbad durchgezogen wird, kann man nicht mit höheren Abzugsgeschwindigkeiten arbeiten als 60 m in der Minute. Zu wesentlich höheren Abzugsgeschwindigkeiten gelangt man, wenn man gemäß der Erfindung die Fällflüssigkeit sich in der Richtung der austretenden

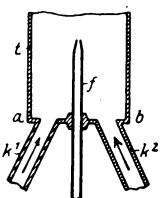


Fig. 245.

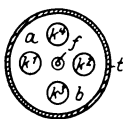


Fig. 246.

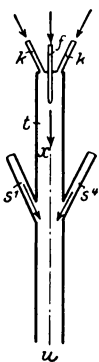


Fig. 247.

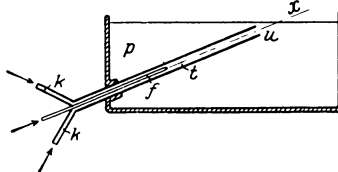


Fig. 248.

Viskosefädchen bewegen läßt. Je nach der Schnelligkeit der Bewegung verändert man die Abzugsgeschwindigkeit und die Einwirkungsdauer des Fällbades, gelangt also zu Xanthogenat- oder Zellulosehydratfäden.

Auch kann man ein Strecken des Fadens im Fällbad erzielen. Fig. 245 und 246 stellen eine Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens in Längs- und Querschnitt dar. Die Viskoselösung tritt durch die Düse f aus, die Fällflüssigkeit strömt durch die Leitungen k^1-k^4 in Richtung des Viskoseaustrittes. Bei der Einrichtung nach Fig. 247 tritt weitere Fällflüssigkeit durch die Leitungen s^1 zu und dient zur Streckung des Fadens. Fig. 248 zeigt die Anwendung des neuen Verfahrens in einem der gebräuchlichen Fällbäder.

Nach Frankl.

671. R. Frankl, Wien. Apparat zur Herstellung künstlicher Fäden aus Zellulosexanthogenat.

Brit. P. 232 219 vom 6. IV. 1925 (Prior. 10. IV. 1924).

Zum Ausziehen der aus Viskoselösungen gesponnenen Fäden werden die Fäden nach Verlassen des Spinnbads und Überleiten über die Förderwalze in einer Zentrifugentrommel gesammelt, die so läuft, daß die auf die Fäden wirkende Schleuderkraft ein dauerndes Ausziehen der Fadenlänge zwischen Förderwalze und Zentrifugentrommel bewirkt. Der Spinnapparat kann die übliche Einrichtung haben, seine beweglichen Teile laufen mit der üblichen Geschwindigkeit, die Zentrifugentrommel hat aber einen größeren Durchmesser. Mit einem geeigneten Durchmesser der Zentrifugentrommel werden Stränge erzielt, die unmittelbar für die weitere Behandlung geeignet sind. Vorteilhaft wird ein Fällbad aus saurem Sulfat mit überschüssiger freier Säure verwendet.

Die gesamte Apparatur zur Herstellung von Viskoseseide beschrieben A. G. Perl (Journ. of the Textile Institute, Juni 1925, S. P 195 bis 203) und E. Wurtz (Zeitschr. d. Vereins Deutscher Ingenieure, Band 69, 1925, S. 1581—1588).

Weitere Angaben über die Herstellung von Viskoseseide machten Fr. I. G. Beltzer, Kunststoffe 1912, S. 41—45, 69—71, 85—87, 111 bis 113, und H. Jentgen, ebda. 1913, S. 229—230, 249—252.

Nachbehandlung von Viskoseseide, Waschen, Bleichen, Spulen, Zwirnen, Chemikalienwiedergewinnung, Reinigung der Abgase.

Hierfür kommen folgende Patente in Betracht:

Nach Ernst.

672. Ch. A. Ernst, Lansdowne. Verfahren zum Bleichen künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 805 456.

Es besteht darin, daß die Fäden zunächst in Wasser getaucht und danach mit einer neutralen, etwa 5%igen Lösung eines sulfonierten Öles, z. B. von Türkischrotöl, bei 40° behandelt werden. Schon durch dies Bad wird ein großer Teil der schwefelhaltigen Verunreinigungen von den Fäden entfernt. Danach wird mit warmem Wasser gewaschen und

mit einer Natriumhypochloritlösung gebleicht, die u. U. mit Essigsäure angesäuert ist. Hiernach wird gewaschen und getrocknet. Durch die geschilderte Behandlung soll die Festigkeit der Fäden nicht leiden.

673. Ch. A. Ernst, Lansdowne (S. W. Pettit). Verfahren zur Herstellung gezwirnter Fäden aus Viskose oder anderem Material.

Ver. St. Amer. P. 876 533.

Der aus mehreren einzelnen Fäden bestehende, ungezwirnte, aus dem Fällbade kommende Faden wird so aufgespult, daß die Fäden der folgenden Lagen die der vorhergehenden in spitzem Winkel schneiden, und wird auf der Spule gewaschen und getrocknet. Die Spule 1 (Fig. 249) wird dann in Umdrehung versetzt und der Faden durch das Auge 3 und den Führer 5 des Flyers 6 der sich drehenden Spindel 7 zugeführt, die die Spule trägt. Die Entfernung zwischen 1 und 3 und die Größe von 3 werden so bemessen, daß die durch den Flyer dem Faden erteilte Zwirnung nicht bei 3 endet, sondern sich bis an die Spule fortpflanzt. Dadurch soll erreicht werden, daß ein bei einer der vorhergehenden Maßnahmen gerissener Faden mitgenommen und mitverzwirnt wird. (Die Patentschrift enthält außer der hier wiedergegebenen noch 1 Zeichnung.)

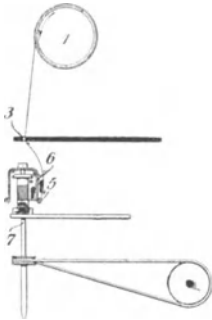


Fig. 249.

Nach Waddell.

674. M. Waddell, New York (S. W. Pettit, Philadelphia). Maschine zum Verzwirnen von Kunstseidefäden.

Ver. St. Amer. P. 867 623.

Die ungezwirnten Fäden befinden sich parallel gelagert auf Wickelringen, wie sie in der deutschen Patentschrift 204 215¹⁾ beschrieben sind. Diese Ringe werden in der in genannter Patentschrift angegebenen Weise in Umdrehung versetzt, und der ungezwirnte Faden wird einer Zwirrspindel zugeführt. Ein Tritt auf einen Fußhebel hebt die Wickelringe von den sie antreibenden Rollen und setzt sie dadurch still und bremst gleichzeitig die Bewegung der Spindel. (3 Zeichnungen.)

Nach Waite.

675. Ch. N. Waite, Lansdowne. Herstellung von Fäden aus Viskose.

Ver. St. Amer. P. 759 332.

Das übliche Auswaschen der Viskose mit Salzlösung und Behandeln der Fäden mit verdünnter Säure nimmt nicht alles Ätznatron fort, welches dann schädlich wirken kann, auch verbleibt bei dieser Behandlung leicht freier Schwefel, welcher den Glanz und die Farbe des Produktes beeinträchtigt.

¹⁾ Siehe S. 542.

Erfinder beseitigt diese Nachteile dadurch, daß er die Fäden mit Dampf in Gegenwart von schwefliger Säure behandelt. Oder er behandelt bei 50—60° mit einer gesättigten Natriumbisulfidlösung, die 5—10% Ammoniumsulfat enthält, und dämpft dann. Während des Dämpfens werden die Fäden unter Spannung gehalten. Die Viskose wird durch die Hitze zersetzt und die gebildete Natronlauge durch die schweflige Säure und die Säure des Ammoniumsulfats neutralisiert; etwa ausgeschiedener Schwefel wird in farbloses, lösliches Hyposulfid übergeführt.

Nach Société française de la Viscose.

676. Société française de la Viscose, Paris. Garnwinde für Kunstseide.

D.R.P. 168 171 Kl. 29a vom 10. VIII. 1904 (gelöscht); franz. P. 345 320.

Das Patent bezieht sich auf eine Aufwindevorrichtung bei selbsttätig und stetig betriebenen Spinnvorrichtungen für künstliche Seide aus Viskose. Mittels dieser Vorrichtung wird die gesponnene künstliche Seide abwechselnd ohne Aussetzen der Arbeit zwei Winden oder Weifkronen zugeführt derart, daß, während auf die eine der Winden der künstliche Seidenfaden aufgewickelt wird, die andere Winde zur Verbringung an eine andere Stelle abgenommen werden kann. Die abwechselnde Bewicklung der Winden geschieht unter Vermittlung eines den Fadenführer tragenden schwingbaren Hebels, der durch eine Zählvorrichtung bewegt wird. (2 Zeichnungen.)

677. Société française de la Viscose, Paris. Vorrichtung zum Fixieren von Viskosefäden.

Österr. P. 19 037; brit. P. 5730¹⁹⁰⁴; schweiz. P. 30 322; D.R.P. 175 636 Kl. 29a vom 9. III. 1904 (gelöscht); franz. P. 340 812; Ver. St. Amer. P. 773 412 (L. Naudin).

Bekanntlich erhält man auf Viskosefäden einen seidenähnlichen Glanz, wenn man die Fixierung des Fadens mit einer verdünnten Mineralsäure unter Spannung ausführt, d. h. der Faden muß gleichzeitig einem Zuge sowie der Einwirkung einer Säure unterworfen werden. Bis jetzt wurde der Zug durch Handarbeit ausgeübt, und man konnte auf eine vollkommene Regelmäßigkeit in der Arbeit und in der erzeugten Wirkung nicht rechnen; gewisse Teile von einem und demselben Gebinde wurden glänzender als die anderen.

Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung, durch welche die genannten Nachteile vermieden werden. Sie ist in Fig. 250 im Längsschnitt und in Fig. 251 im Querschnitt dargestellt. Die Vorrichtung besteht aus einem Behälter 1, in dem zwei Achsen 2 und 3 parallel angeordnet sind. Die Achsen tragen Holzwalzen 4, 5, die leicht mit ihnen drehbar sind und die Fadensträhne der Viskose halten. Am oberen Teile des Behälters ist ein mit Brausen versehenes Rohr 6 vorgesehen, das verdünnte Schwefelsäure in den Behälter spritzt. Die Achse 3 ist mit der Stange eines Kolbens 7 verbunden, der sich in einem Zylinder 7' bewegt, welcher mit von einer Welle 12 gesteuerten Ventilen versehen ist. Der Kolben 7 wird durch Druckwasser, komprimierte Luft oder Vakuum betätigt. Man öffnet zunächst die Hähne 8, 9. Das Wasser

tritt bei 8 ein und wird bei 9 ausgetrieben. Der Kolben steigt und hebt hierbei die Achse 3 hoch, was gestattet, die Strähne an ihre Stelle zu bringen. Dann schließt man den Hahn 8 und öffnet den Hahn 10. Die untere Walze sinkt herab und beschwert die Strähne durch ihr Eigengewicht. Man versetzt dann die Achse 11 durch die Transmission in Umdrehung. Die Achse bringt mittels Schraubengetriebe die die Nockenscheiben tragende Welle in Umdrehung. Das Nockenrad 13

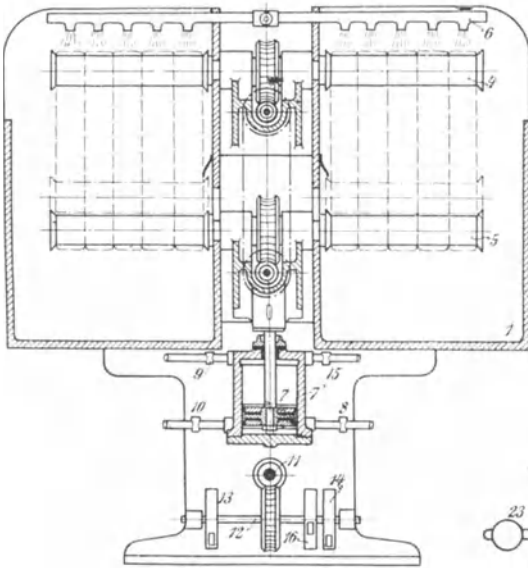


Fig. 250.

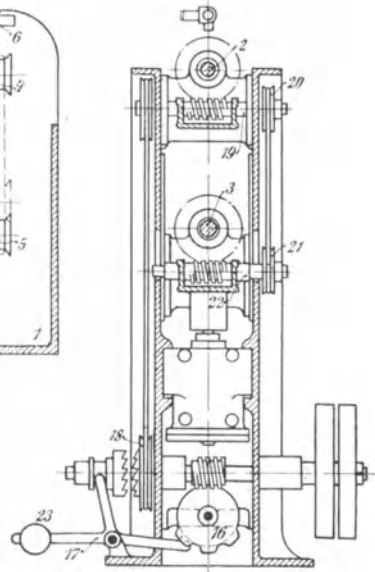


Fig. 251.

schließt den Hahn 9 und das Nockenrad 14 öffnet den Hahn 15. Die Strähne werden auf diese Weise durch hydraulische Kraft während einer Zeit gestreckt, die durch die Dauer der Umdrehung des Nockenrades bestimmt ist. Wenn die Nockenräder 13 und 14 ihre Wirkung beendigt haben, schließt sich der Hahn 15 und der Hahn 9 öffnet sich. In dieser Stellung werden die Strähne nur durch das Eigengewicht der unteren Walze 3 gestreckt. In diesem Augenblick bewegt das Nockenrad 16 den Hebel 17, wodurch die auf der Achse 11 lose sitzende Rillenscheibe 18 mitgenommen wird. Die Scheibe 18 betätigt die mit Schnecke ausgerüstete Welle 19, wodurch die obere Achse 2 in Umdrehung versetzt wird. Gleichzeitig wird die Achse 3 durch die Rollen 20 und 21 und die eine Schnecke tragende Welle 22 in Umdrehung versetzt. Durch die gemeinsame Bewegung der beiden Wellen werden die Strähne bewegt, und es wird infolgedessen eine gleichmäßige Einwirkung der Schwefelsäure auf die verschiedenen Teile der Fäden erzielt. Nachdem das Nockenrad 16 seine Umdrehung vollführt hat, wird die Rolle 18 durch die Wirkung des Gegengewichtes 23 ausgerückt: die Wellen 2 und 3 bleiben stehen und die Nockenräder 13 und 14 bewegen die Hähne 9

und 15, wie oben beschrieben; die Strähne befinden sich von neuem unter hydraulischem Druck. Dieses abwechselnde Spannen und Bewegen der Strähne wiederholt sich, so oft es gewünscht wird. Um die Behandlung der Strähne zu beendigen, genügt es, die Welle 11 auszurücken, die untere Welle durch hydraulischen Druck wieder zu heben, die fixierten Gebinde zu entfernen und andere an ihre Stelle zu setzen.

Patentsanspruch: Vorrichtung zum Fixieren von Viskosefäden unter Spannung mit Hilfe verdünnter Säurelösungen, dadurch gekennzeichnet, daß zwei parallele als Träger für die Strähne dienende Achsen angeordnet sind, die durch die Wirkung von Nockenrädern abwechselnd einander genähert oder entfernt und in Umdrehung versetzt werden.

Nach Henckel von Donnersmarck.

678. Fürst G. Donnersmarck'sche Kunstseiden- und Acetatwerke, Sydowsaue bei Stettin. Verfahren zur Herstellung von Viskoseseide. D.R.P. 212 954 Kl. 29a vom 26. VI. 1907, übertragen auf Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld, (gelöscht); franz. P. 398 424; brit. P. 1407¹⁹⁰⁹ (Graf A. Luxburg); schweiz. P. 47 395.

Bei der Herstellung der Viskoseseide werden die Viskose- (Zellulose-xanthogenat-) Lösungen auf bekannte Weise in Fällungsbäder von Ammonsalzen, Schwefelsäure, sauren schwefelsauren Salzen od. dgl. eingespritzt und die hierbei entstehenden Fäden durch verschiedenartige Vorrichtungen aufgenommen. Zwei wesentlich verschiedene Verfahren sind hierbei in Anwendung, welche als Zentrifugenspinnverfahren einerseits und Spulenspinnverfahren andererseits bezeichnet werden können. Beim ersten Verfahren wird der frisch gesponnene Faden durch geeignete Führung lotrecht abwärts und zentrisch in einen rasch umlaufenden, zentrifugenartigen Spinntopf geführt, dessen Innenwandung er sich unter einer der Umdrehungszahl des Spinntopfes entsprechenden Drehung anlegt. Es entsteht so unmittelbar beim Spinnvorgang eine Flachspule gezwirnter Rohseide. Beim Spulenspinnverfahren wird der aus dem Fällbad tretende Faden unmittelbar auf eine sich drehende Spule aufgenommen, wobei also die Einzelfädchen des Seidenfadens noch parallel liegen und erst durch eine folgende Arbeit gezwirnt werden müssen. Trotz des Vorteils der mit dem Spinnen in einem Arbeitsvorgang vereinigten Zwirnung hat sich das Zentrifugenspinnverfahren in der Praxis wenig bewährt und sich dem Spulenspinnverfahren unterlegen gezeigt. Einer geforderten bestimmten Drehung für das laufende Meter Faden entspricht natürlich bei gegebener Umdrehungszahl des Spinntopfes eine bestimmte Spinnengeschwindigkeit (gemessen an der in der Zeiteinheit gesponnenen Fadenlänge). Da der Umdrehungsgeschwindigkeit der Spinntöpfe praktische Grenzen gesetzt sind und die Drehung der Kunstseide nicht unter gewisse Beträge sinken darf, hat sich herausgestellt, daß man mit dem Spulenspinnverfahren unverhältnismäßig größere Spinnengeschwindigkeiten erzielen kann, da die Umdrehung der Spinnspulen ja nur durch die Reißfestigkeit und Elastizität des frisch gefällten Fadens praktisch begrenzt wird. Handelt es sich ferner darum, z. B. Viskoseseide mit hoher Drehung herzustellen, so begibt man sich bei

dem Zentrifugenspinnverfahren noch des einzigen Vorteils der Vereinigung von Spinnen und Zwirnen in einem Arbeitsvorgange. Der aus dem Spinntopfe kommende Faden muß dann, wie beim Spulenspinnverfahren, einer Nachzwirnung auf besonderen Maschinen unterworfen werden. Durch das Angeführte allein ist der überhaupt nur in gewissen Fällen vorhandene Vorteil des Zentrifugenspinnverfahrens mehr als ausgeglichen. Weiterhin kommt anscheinend die ungleich einfachere, billigere und betriebssicherere Maschinerie zugunsten des Spulenspinnverfahrens in Betracht.

Der Vollständigkeit wegen sei noch ein Drehspinnverfahren erwähnt, bei welchem die Spinndüse selbst in Drehung versetzt wird, so daß die aus der Düse austretenden Einzelfäden sofort eine Zwirnung erhalten und das Fällungsbad schon als verzwirnter Faden durchlaufen, worauf das Aufwinden auf Spulen oder Haspel erfolgen soll. In der Viskoseseideindustrie hat sich dieses Verfahren jedoch keinen Eingang verschaffen können. Die für das Zentrifugenspinnverfahren bestehenden Nachteile der bezeichneten Art treten in noch größerem Maße auch beim Drehdüsenpinnverfahren hervor, in erster Linie die große Kompliziertheit der Apparatur. Man ist hierbei zwar imstande, der Spinndüse eine hohe Geschwindigkeit zu geben; es gelingt jedoch bei diesem Verfahren nicht, für das laufende Meter Faden jede beliebige bestimmte Drehung zu erzielen, da die Fällungsflüssigkeit dem Zwirnungsvorgang unberechenbare Widerstände entgegensetzt. Da das Fällungsbad zum Zwecke der Fortbewegung des entstehenden Fadens meist auch fließend angewandt werden muß, so wird auch die Gleichmäßigkeit der Zwirnung gestört. Das Verfahren ermöglicht daher lediglich eine Vorzwirnung, und der von der Spule oder dem Haspel kommende Faden muß für die meisten Zwecke auf besonderen Maschinen nachgezwirnt werden.

Die hier zu beschreibende Erfindung bezieht sich auf alle Verfahren, bei denen eine nachträgliche Zwirnung des gesponnenen Fadens erfolgen muß, insbesondere also auf das Spulenspinnverfahren.

Die weitere Herstellung der auf den Spinnspulen aufgewickelten Viskoseseide verlief nun bisher im wesentlichen in der Weise, daß die ungezwirnten Viskosefäden auf den Spinnspulen zunächst von allen der Seide vom Spinnen her anhaftenden Salzen und Säuren ausgewaschen, darauf gespult und nach dem Trocknen auf Zwirnmaschinen bekannter Bauart gezwirnt werden. Der gezwirnte Rohfaden wird dann auf bekannten Haspelmaschinen von der Spule in Strangform übergeführt. Für die meisten Verwendungszwecke bedarf die Rohseide dann noch einer nachträglichen chemischen Wasch- und Bleichbehandlung. Durch diese vielfachen Bearbeitungen, welche umfangreiche maschinelle Anlagen, deren Betrieb unverhältnismäßig zahlreiche Arbeitskräfte erfordert, zur Voraussetzung haben, wird der Faden naturgemäß stark mechanisch angegriffen. Die Gesteungskosten so hergestellter Viskoseseide werden durch die mit jeder Einzelarbeit verbundenen unvermeidlichen Materialverluste weiterhin ungünstig beeinflusst.

Es wurde nun gefunden, daß man mit großem technischen Vorteil die gesponnene und ungewaschene Viskoseseide, welche also noch alle

vom Spinnen herrührenden Verunreinigungen (Säuren, Salze usw.) enthält, unter Zwirnung in Strangform und auf gleiche Stranglänge bringen kann, wenn man auf Spulen von verhältnismäßig kleinem Durchmesser spinnet, diese Spulen beim Abziehen der Viskosefäden über den Spulenkopf in rasche Drehung versetzt und die Fäden unmittelbar unter Benutzung hin- und hergehender Fadenführer auf Haspel überführt. Die Haspel versieht man in bekannter Weise mit Zählwerken und selbsttätigen, bei Fadenbruch wirkenden Sperrvorrichtungen, um genau bestimmte Fadenzahlen aufwickeln zu können. In Fig. 252 ist eine zur

Ausführung dieses Verfahrens dienende Vorrichtung dargestellt, die an sich jedoch nicht den Gegenstand der Erfindung bildet. *a* ist die Spinnspule, *b* der Fadenführer, *c* der Haspel, auf den gewunden wird. Durch diesen einfachen Arbeitsvorgang wird die Kunstseide vom Augenblicke ihres Entstehens vom Spinnvorgang an mit der denkbar größten Schonung verarbeitet, indem der Faden nach dem Spinnen nur noch ein einziges Mal durch Abarbeitung von der Spinnspule auf die Haspel einem Arbeitsvorgange unterworfen wird, während bei den früheren Arbeitsweisen der Faden dreimal behandelt werden mußte. Zuerst mußte von der Spinnspule auf Holzspulen umgespult, dann von der Holzspule auf der Zwirnmaschine auf Papierspulen abgezwirnt und schließlich die gezwirnte Spule abgehaspelt werden.

Durch das vorliegende Verfahren werden zahlreiche Arbeitskräfte und große maschinelle Anlagen erspart, und die Abfälle werden auf das denkbar geringste Maß zurückgeführt, da die gesponnene Viskoseseide nur einmal durch die Hand der Arbeiterin geht und auch das häufige Anknüpfen, welches die Verarbeitung auf mehreren Arbeitsmaschinen bedingen muß, in Fortfall kommt. Die Güte der Viskoseseide wird hierdurch wesentlich verbessert, und ihr Wert wird durch die geringe Anzahl von Knüpfstellen erhöht. Die Weiterverarbeitung der fertig gezwirnten Stränge, wie Waschen, Bleichen, Säuern, Trocknen, kann danach in bekannter Weise auf dem Haspel vorgenommen werden, so daß die fertigen Kunstseidenstränge erst im fertigen Zustande nach dem Trocknen von dem Haspel abgenommen werden. Man verwendet zu diesem Zwecke wasser- und säurebeständige Vorrichtungen, z. B. mit Bleifolie überzogene Haspelkronen, und sorgt dafür, daß den Seidenlagen durch Anwendung von Glasstäben auf den Auflagestäben eine möglichst geringe Berührungsfläche gegeben wird. Man kann zu diesem Zwecke aber auch z. B. ver-

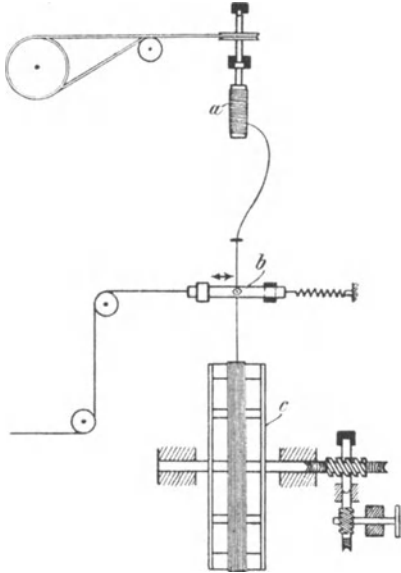


Fig. 252.

stellbare Haspelkronen anwenden, welche eine zeitweise Umlegung der Kunstseide während des Waschens und Bleichens gestatten, und zwar so, daß die Berührungsstellen zwischen den Kunstfäden und den Haspelstäben wechseln. Wenn man dieses beschriebene Verfahren anwendet, so gelingt es, die Viskoseseide in einem Arbeitsgange, vom Spinnen ab gerechnet, fertigzustellen, indem die Seide nur einmal von der Spinnspule auf beschriebene Weise auf den Haspel in bestimmter Länge abgezwirnt wird, während derselbe Strang später nach Beendigung der mechanischen und chemischen weiteren Behandlung in reinem und trockenem Zustande als fertige Viskoseseide von dem Haspel abgenommen wird. Hierdurch wird eine außerordentliche Vereinfachung der Kunstseidenherstellung erreicht unter gleichzeitiger äußerster Schonung der Kunstfäden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Viskoseseide, dadurch gekennzeichnet, daß die ungedrehten Viskosefäden ohne Vorbehandlung unmittelbar von den Spinnspulen in einem Arbeitsgange verzwirnt und auf Haspel aufgewunden werden, auf denen sie unmittelbar in an sich üblicher Weise nachbehandelt, also gewaschen, gebleicht, gesäuert, getrocknet oder anderen Nachbehandlungen unterworfen werden können.

Das britische Patent, das nicht allein von Viskoseseide spricht, erwähnt auch ein Vorbehandeln auf den Spulen.

Nach Courtaulds Ltd.

679. Courtaulds Ltd., London. Verfahren, Sulfidlösungen von durch Aufnahme von Schwefel sich bildenden Polysulfiden freizuhalten oder zu befreien.

D.R.P. 279 310 Kl. 12i vom 27. VII. 1913 (Prior. Großbritannien 24. XII. 1912); brit. P. 29 711¹⁹¹² (L. Ph. Wilson); österr. P. 82 199.

Das Verfahren, das sich vorzugsweise zur Behandlung solcher Sulfidlösungen eignet, die zu Entschweflungen benutzt werden, beruht auf der Erkenntnis, daß Polysulfidlösungen der Alkalien und Erdalkalien oder Alkali- und Erdalkalisulfidlösungen, welche Polysulfid enthalten, von den vorhandenen Polysulfiden befreit werden, wenn man sie in Gegenwart von alkalisch reagierenden Stoffen, wie z. B. von Hydraten oder Karbonaten der Alkalien oder Erdalkalien, mit geeigneten reduzierenden Stoffen, wie Glykose, Dextrin, Stärke usw., behandelt. Man erhält so Lösungen, welche nur noch verschwindende, praktisch nicht mehr in Betracht kommende Mengen von Polysulfid enthalten. Sind z. B. 100 Pfund Seide in einer 1 % igen Natriumsulfidlösung behandelt worden, so setzt man 2,5–3 Pfund Handlungsglykose und 3 Pfund Ätznatron, beides in Lösung, zu und nimmt die nächste Portion Seide unmittelbar durch das Bad.

Patentansprüche: 1. Verfahren, Sulfidlösungen von durch Aufnahme von Schwefel sich bildenden Polysulfiden freizuhalten oder zu befreien, dadurch gekennzeichnet, daß man die Sulfidlösungen in Gegenwart alkalisch reagierender Stoffe, z. B. Alkalien oder alkalischer Erden, mit Glykose oder ähnlich wirkenden organischen Stoffen behandelt.

2. Die Anwendung des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens bei der Entschwefelung von Viskoseseidenfäden oder der sog. Denitrierung von Nitroseseidenfäden mit der Maßgabe, daß den dabei verwendeten warmen Schwefelalkalibädern in dem Maße alkalische und reduzierende Stoffe nach Anspruch 1 zugesetzt werden, als freier Schwefel in das Bad eingebracht wird oder sich darin bildet.

Nach Luft.

680. Dr. M. Luft, Cleveland, Ohio. Verfahren zur Veredlung von Kunststoffen, Fäden, Geweben, Filmen u. dgl. aus Viskose. D.R.P. 360 945 Kl. 39b vom 17. I. 1920 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 1 404 535; franz. P. 541 554.

Bekanntlich werden aus Viskose hergestellte Kunstprodukte von dem in ihnen bei der Spaltung der Xanthogenate abgelagerten Schwefel und den Schwefelverbindungen durch Behandeln mit Alkalisulfidlösungen befreit. Es wurde gefunden, daß während dieses Entschwefelns die Aufnahmefähigkeit der Viskoseprodukte für Seifen oder wasserfest machende Mittel besonders günstig ist. Beim Herauslösen von Schwefel aus dem Innern der kapillarartigen Gebilde entstehen augenblicklich hohle Räume, während gleichzeitig die Wandungen durchlässig werden, was ein gleichmäßiges Einverleiben von Seifen und den üblichen Imprägnierungsmitteln im Innern der Kunststoffe ohne ihre Schwächung gestattet. Das Verfahren verläuft in einem Gange; z. B. zu den üblichen Entschwefelungsbädern, wie Natriumsulfidlösung, wird Seife, vorteilhaft in alkalischer Lösung, gesetzt oder, wenn es sich gleichzeitig um Imprägnieren der Ware handelt, werden in der Seifenlösung Metallsalze, Gummilösungen, Harze oder Harzsalze (Resinate), vorteilhaft unter geringem Zusatz von Ätzkali, gelöst oder emulgiert und dem Entschwefelungsbade vor dem Eintragen der Ware zugesetzt. Das Bad wird während der Behandlung, die $\frac{1}{2}$ —1 Stunde dauert, auf 40—50° gehalten. Die behandelte Ware wird von dem Überschuß des Bades befreit, gesäuert, in Wasser oder Seifenlösung gespült, abgeschleudert oder abgepreßt und bei 40—50° getrocknet.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Veredlung von Kunststoffen, Fäden, Geweben, Filmen u. dgl. aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Kunststoffe während des Entschwefelns mit Seifenlösungen, am besten in Gegenwart von Alkali, behandelt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Seifenlösungen mit einem Zusatz von Lösungen oder Emulsionen von Imprägnierungsmitteln verwendet.

Nach Bronnert.

681. E. Bronnert, Mülhausen i. E. Viskosefäden.

Brit. P. 170 316 vom 17. V. 1920; schweiz. P. 94 417; Ver. St. Amer. P. 1 376 671; franz. P. 515 683; norweg. P. 35 076; österr. P. 91 987; schwed. P. 53 680.

Die Salze, welche sich auf den Fäden nach Verlassen des Fällbades gebildet haben oder von ihnen mitgeführt werden, werden dadurch

gewonnen oder nutzbar gemacht, daß man die Fäden mit verdünnter Schwefelsäure wäscht. Es bildet sich das sehr lösliche Natrium- oder Kaliumbisulfat; die Salzlösungen werden konzentriert und gehen in das Fällbad zurück. Zum Waschen dient vorzugsweise eine 10—12 % ige Schwefelsäure.

Nach Voß.

682. H. Voß, Berlin. Verfahren zur Wiedergewinnung des Schwefels, der sich beim Aussalzen und Fixieren der Viskose abscheidet.

D.R.P. 338 291 Kl. 29b vom 22. XI. 1919 (gelöscht).

Bei der Herstellung künstlicher Gebilde aus Viskoselösungen fällt man diese Lösungen im Großbetriebe meist mit Schwefelsäure aus, in der ein Salz (Kochsalz, Natriumsulfat) gelöst ist. Die Viskose zersetzt sich unter Schwefelwasserstoffentwicklung, wobei nicht unbedeutliche Schwefelausscheidungen auf und in den hergestellten Gebilden stattfinden, die bei der Weiterverarbeitung durch Lösungsmittel entfernt werden müssen und meist verlorengehen. Nach einem anderen bekannten Verfahren werden zunächst Lösungen schwefliger Säure oder deren Alkalisalze zum Aussalzen der Viskose benutzt, und es folgt dann die sog. Fixierung durch Säuren, wie Schwefelsäure oder saure Salze, nach. Auch hierbei findet wieder die Ausscheidung von Schwefel auf den Gebilden statt und es gehen beträchtliche Schwefelmengen verloren.

Es wurde nun für dieses Fällungsverfahren eine Arbeitsweise gefunden, welche die Hauptmenge des Schwefels wiedergewinnen läßt und gleichzeitig die unmittelbare Herstellung nahezu schwefelfreier regenerierter Zellulosegebilde ermöglicht. Schweflige Säure und ihre Alkalisalze fällen Viskoselösungen, wenn sie in beträchtlichem Überschuß angewendet werden. Dabei tritt zunächst nur ein sog. Aussalzen ein. Im mikroskopischen Bild sieht man, daß erst eine Formgebung durch Erstarren der Außenwände des Gebildes stattgefunden hat, während der innere Kern, z. B. des Fadenschlauchs, noch unzersetzte Viskose enthält. Wird darauf die Fixierung durch Einwirkung von Säure, z. B. Schwefelsäure, vorgenommen, so entstehen nebeneinander Schwefeldioxyd und Schwefelwasserstoff, und in den sauren Bädern zeigt sich alsbald die Ausscheidung von freiem Schwefel, während Schwefeldioxyd ohne Beimengung von Schwefelwasserstoffresten entweicht. Nach der Erfindung werden zunächst die Bisulfitbäder in bekannter Weise zum Aussalzen der Viskoselösungen benutzt. Dann nimmt man aber die Zersetzung der ungetrockneten Viskosegebilde mit Säuren, besonders Schwefelsäure oder sauren Sulfaten in geschlossenen Gefäßen und unter Bewegen des Bades vor. Das betreffende Gefäß wird entweder selbst bewegt, oder es wird mit einem Rührwerk versehen, z. B. sind Holländer, Zentrifugen, umlaufende Zylinder usw. verwendbar. Die Zersetzung kann durch Erwärmen des Fixierbades unterstützt werden.

Dadurch, daß man das hergestellte Gebilde in der Fällflüssigkeit in einem geschlossenen Gefäß in Bewegung hält, es darin schleudert oder

in ähnlicher Weise mechanisch behandelt, gelingt es einerseits, das sich entwickelnde Schwefeldioxyd wiederzugewinnen und andererseits den Schwefel in elementarer Form in der Flüssigkeit verteilt zur Abscheidung zu bringen. Das fertige Zelluloseprodukt wird dann in bekannter Weise durch Abnutschen, Zentrifugieren usw. sobald als tunlich von der sauren Fäll- oder Fixierflüssigkeit getrennt. Aus dieser kann dann der abgeschiedene elementare Schwefel durch Filtrieren wiedergewonnen werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Wiedergewinnung des Schwefels, der sich beim Aussalzen von Viskose mittels Lösungen schwefligsaurer Salze und darauffolgender Fixierung mittels Säuren oder saurer Salze abscheidet, dadurch gekennzeichnet, daß das Fixieren der Viskosegebilde in geschlossenen Gefäßen unter Bewegen des Bades erfolgt, wobei Schwefeldioxyd abgeleitet und elementarer Schwefel aus der sauren Fixierungsflüssigkeit abgetrennt wird.

Nach Schwalbe.

683. Dr. K. G. Schwalbe, Eberswalde. Verfahren zur Beseitigung übelriechender schwefelhaltiger Stoffe aus den Abgasen der Viskosekunstseidefabriken

D.R.P. 336 878 Kl. 29b vom 15. XII. 1917 (gelöscht), Zus. z. D.R.P. 319 594; norweg. P. 30 632 mit Zus.-P. 33 736 (Metallwerke vorm. I. Aders Akt.-Ges., Neustadt-Magdeburg).

In dem D.R.P. 319 594 ist ein Verfahren beschrieben, die üblen Gerüche der Abgase der Natronzellstofffabrikation zu beseitigen. Es wurde gefunden, daß das Verfahren nicht auf die genannten Gase beschränkt ist, sondern sich auch auf die Beseitigung von Gasen anwenden läßt, die sich in den nach dem Viskoseverfahren arbeitenden Kunstseidefabriken entwickeln und stark riechende, organische Schwefelverbindungen enthalten. Die Beseitigung dieser riechenden Stoffe gelingt, wenn man die geruchlos zu machenden Abgase durch Holzspäne, Holzmehl oder andere Pflanzenstoffabfälle leitet. Auch in diesem Falle kann durch Zuleitung oxydierender Gase die völlige Vernichtung der übelriechenden Stoffe bewirkt werden, oder man bringt das Holz mit Flüssigkeiten in Berührung, welche oxydierende Stoffe enthalten.

Patentansprüche: Abänderung des Verfahrens gemäß D.R.P. 319 594, 1. dadurch gekennzeichnet, daß man zur Beseitigung übelriechender schwefelhaltiger Stoffe aus den Abgasen der Viskosekunstseidefabriken in den Strom der riechenden Gase zerkleinertes Holz, Sägemehl oder andere Abfälle pflanzlicher, holzartiger Natur einschaltet,

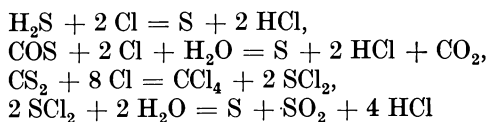
2. dadurch gekennzeichnet, daß man den Abgasen entweder vor der Berührung mit dem Holz oxydierende Gase, wie Stickoxyde, Chlor, Ozon usw., beimischt, oder daß man das in den Strom der Abgase eingeschaltete Holz nach der Behandlung mit Abgasen mit solchen oxydierenden Gasen behandelt, oder daß man endlich das Holz mit Flüssigkeiten in Berührung bringt, die oxydierende Stoffe enthalten.

Nach Schülke.

684. Dr. E. Schülke, Hannover. Verfahren zur Beseitigung schwefelhaltiger Verbindungen aus Fällbädern und Abgasen der Viskosefabrikation.

D.R.P. 346 829 Kl. 29b vom 3. X. 1920.

Die Beseitigung der übelriechenden Abgase aus Viskosekunstseide- und Stapelfaserfabriken hat bisher Schwierigkeiten bereitet, wenn es sich darum handelt, die wertvollen schwefelhaltigen Verbindungen wiederzugewinnen. Dies gelingt nach vorliegender Erfindung durch Einwirkung von Chlor in salzsaurer Lösung in Rieseltürmen, Skrubbern oder ähnlichen Vorrichtungen, wobei sich die schwefelhaltigen Verbindungen, insbesondere der reichlich vorhandene Schwefelwasserstoff, zu Schwefel oxydieren. Auch die Fällbäder für die Viskose, für welche man in neuerer Zeit vorteilhaft Chloride in Verbindung mit Salzsäure verwendet, nehmen bei dem Spinnprozeß bis zur Sättigung Schwefelwasserstoff auf. Die Beseitigung dieses giftigen Gases ist zur Verhinderung der Gesundheitsschädigung der Arbeiter und zur Wiedergewinnung des wertvollen Schwefels geboten. Nach der Erfindung wird dies erreicht durch Vermischen von chlorhaltiger Salzsäure in geeignetem Verhältnis mit den gebrauchten Fällbädern, wobei gleichzeitig die Fällbäder in ihrer Acidität aufgefrischt werden. Steht gasförmige, chlorhaltige Salzsäure, wie z. B. als Nebenprodukt bei der Chlorierung aromatischer Kohlenwasserstoffe, zur Verfügung, so kann sie von den Fällbädern unmittelbar aufgenommen werden; die zu diesen Umsetzungen verwendbaren Vorrichtungen sind bekannt. Der Schwefel scheidet sich in feinverteilter filtrierbarer Form ab und kann wieder zur Gewinnung von Schwefelkohlenstoff benutzt werden. Die Reaktionen verlaufen nach folgendem Schema:



und ähnlich.

Patentanspruch: Verfahren zur Beseitigung schwefelhaltiger Verbindungen aus Fällbädern und Abgasen der Viskosefabrikation unter Gewinnung des Schwefels, dadurch gekennzeichnet, daß die Fällbäder oder Abgase mit chlorhaltiger Salzsäure behandelt werden, wobei sich filtrierbarer Schwefel abscheidet.

Nach Kämpf.

685. Dr. A. Kämpf, Premnitz. Verfahren zur Wiedergewinnung von Schwefelkohlenstoff bei der Verarbeitung von Viskose. D.R.P. 359 685 Kl. 29b vom 29. X. 1920; brit. P. 170 817; franz. P. 530 191; schweiz. P. 91 828; norweg. P. 34 294; österr. P. 90 805.

Es ist bekannt, daß bei der Umsetzung von Viskose mit gewissen Fällungsbädern neben der Rückbildung der Zellulose aus der Lösung auch

eine gewisse Rückbildung von Schwefelkohlenstoff stattfindet. Diesen Schwefelkohlenstoff ohne besondere Kosten wiederzugewinnen, ist die Aufgabe, die vorliegende Erfindung löst.

Es ist gefunden worden, daß es möglich ist, die frisch gefällten Zelluloseerzeugnisse, ohne ihren wertvollen Eigenschaften Eintrag zu tun, eine gewisse Zeitlang mit heißem Wasser in Berührung zu bringen, das in seinen Mengen und Temperaturverhältnissen so zu halten ist, daß einerseits der Schwefelkohlenstoff zur Verdampfung gebracht, eine Schädigung z. B. der Fasern durch zu hohe Temperaturen und zu hohen Säuregehalt des Bades jedoch vermieden wird. Dieses Verfahren kann beispielsweise für Kunstfasern in einem nach Fig. 253 und 254 gebauten System von Warmbad mit Haube und Kühler ausgeübt werden: die an gekröpften Bügeln *b* aufgehängten Fasern werden durch das von beispielsweise etwa 55° warmem Wasser durchflossene Warmbad *a* der Länge nach hindurchgeführt, so daß nicht nur die Faser vollständig vom warmen Wasser bedeckt ist, sondern über der Faser noch eine genügende Tauchtiefe bleibt, um eine Dunsthaube *c* über

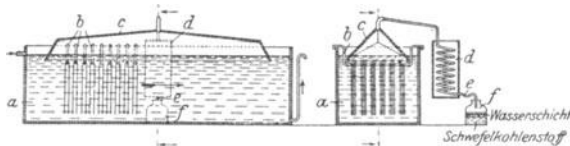


Fig. 253.

Fig. 254.

das Fasergut in das Wasser einzuhängen. Die Dunsthaube besitzt eine Ableitung nach dem Kühler *d*, wo mit möglichst niederen Temperaturen eine Verflüssigung des Schwefelkohlenstoffdampfes erzielt wird. Der Ausfluß des Kühlers wird am besten mittels eines flachen Schwanenhalses *e* nach der Vorlage *f* zu abgeschlossen.

Das Verfahren kann an und für sich auch in der Weise ausgeübt werden, daß der Faserstrang mit heißem Wasser berieselt wird, wobei die Dämpfe in ähnlicher Weise, wie oben beschrieben, abgeleitet und verflüssigt werden. Aus Gründen der Handlichkeit und Sicherheit des Betriebes ist aber das Tauchverfahren dem Berieselungsverfahren vorzuziehen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Wiedergewinnung von Schwefelkohlenstoff bei der Verarbeitung von Viskose auf Kunstfasern, Filme u. dgl. Kunststoffe, dadurch gekennzeichnet, daß der im Fällungsbad geformte Kunststoff unter solchen chemischen und physikalischen Bedingungen mit heißem Wasser in Berührung gebracht wird, daß einerseits der Schwefelkohlenstoff zur Verdampfung gebracht, eine Schädigung des Kunststoffes aber vermieden wird, worauf der Schwefelkohlenstoffdampf verflüssigt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kunststoff der Einwirkung im Warmbad ausgesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kunststoff mit warmem Wasser berieselt wird.

686. A. Kämpf, Premnitz. Künstliche Seide usw.

Brit. P. 232 200 vom 30. III. 1925 (Prior. 12. IV. 1924).

Viskoseseide, besonders solche aus ungereifter Alkalizellulose, wird vor dem üblichen Waschen, unmittelbar nach dem Spinnen, im Vakuum behandelt, um den Schwefelkohlenstoff zu entfernen. Dadurch wird ein gründlicheres Waschen erzielt unter erheblicher Zeitersparnis. Die frisch bespinnenen Spulen werden mit oder ohne Wasser in einen Vakuumapparat eingebracht und dann einem möglichst hohen Vakuum ausgesetzt.

Nach Herminghaus, Hesse und Rathert.**687. Herminghaus & Co. G. m. b. H., Dr. L. Hesse, Elberfeld, und Dr. H. Rathert, Vohwinkel. Verfahren zur Nutzbarmachung von Abfällen und Abwässern der Viskoseseidenfabrikation.**

D.R.P. 368 969 Kl. 29b vom 19. XI. 1920.

Die Abwässer der Viskoseseidenfabrikation werden bisher in der Regel einfach abgeleitet, höchstens neutralisierte man sie. Hierbei entstehen aber Produkte, wie Schwefelwasserstoff, welche schwer zu entfernen sind.

Es hat sich nun gezeigt, daß sich die der bisherigen Beseitigung der Abwässer anhaftenden Übelstände wirksam beseitigen lassen unter gleichzeitiger Wiedergewinnung oder Nutzbarmachung wertvoller Produkte, wie Schwefel und Natronlauge, wenn man in folgender Weise arbeitet. Die die gesamten alkalischen Schwefelverbindungen der Zellulose enthaltenden Abfälle und Abwässer werden erhitzt, wodurch eine Koagulation der Xanthate eintritt. Zweckmäßig setzt man vor dem Kochen Salze, welche keine unlöslichen Xanthate bilden, hinzu, insbesondere neutrale Alkalisalze der verschiedenen anorganischen Säuren, wie Kochsalz, Natriumsulfat u. dgl., Abraumsalze oder Mischungen derartiger Salze. Das neben dem wasserunlöslichen Xanthogenat entstehende, bis zum Zellulosehydrat abgebaute gelatinöse Produkt wird abfiltriert oder abgenutscht und mit heißem Wasser gut ausgewaschen. Das gewonnene, Schwefelalkalien enthaltende Filtrat wird entweder in verdünntem oder in eingeengtem Zustande zur Absorption von Schwefelkohlenstoff- oder Schwefelwasserstoffabgasen benutzt. Man erhält dann ein Produkt, das unmittelbar zur Fabrikation, insbesondere zum Entschwefeln der Kunstseide, wieder verwendet werden kann. Eine andere Art der Aufarbeitung besteht darin, daß die entstehenden Thiokarbonate, Sulfide und Polysulfide nach beendigter Anreicherung durch Schwefeldioxyd oder schwefligsaure Salze zersetzt werden. Hierdurch wird der Schwefel abgeschieden, der auf diese Weise wiedergewonnen werden kann.

Das Verfahren gestattet auf einfache und billige Weise die wertvollen Produkte der Abfälle so gut wie restlos wiederzugewinnen und gleichzeitig die Abfälle derart unschädlich zu machen, daß jede Schädigung der Umgebung durch Geruchsbelästigung vermieden wird. Die Abwässer können daher ohne Schaden einfach abgelassen werden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Nutzbarmachung von Abfällen und Abwässern der Viskoseseidenfabrikation, dadurch gekennzeichnet, daß die Abfälle und Abwässer zunächst durch Erhitzen koaguliert und die nach Trennung von den entstandenen unlöslichen Produkten gewonnenen Filtrate zur Absorption von Schwefelkohlenstoff- oder Schwefelwasserstoffabgasen benutzt werden.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Masse vor dem Erhitzen Salze, welche keine unlöslichen Xanthate bilden, oder andere Stoffe, welche die Koagulation befördern, zugesetzt werden.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die entstehenden Thiokarbonate, Sulfide und Polysulfide nach beendigter Anreicherung durch Schwefeldioxyd oder schweflige Säure Salze zersetzt und der abgeschiedene Schwefel wiedergewonnen wird.

Nach dem

688. D.R.P. 370 592 Kl. 12i vom 20. XI. 1920, Zus. z. D.R.P. 368 969, wird den Abfällen außer den Salzen beim Erhitzen Metalloxyd, wie Nickeloxyd, Eisenoxyd od. dgl., zugesetzt. Dadurch wird der durch die Kohlensäure der Luft aus dem wasserunlöslichen Xanthat häufig entstehende Schwefelwasserstoff in statu nascendi oxydiert. Als besonders vorteilhaft hat sich der Zusatz von Superoxyden, wie Mangan-, Natrium- oder Bariumsuperoxyd, erwiesen. Man kann auch sauerstoffabgebende Mischungen verwenden. Ebenso kann man auch Mischungen von Oxyden und Superoxyden benutzen. Ferner können auch Stoffe zugesetzt werden, welche die katalytische Sauerstoffübertragung beschleunigen, wie Tierkohle, Zuckerkohle, Eisenfeilspäne. Die oben erwähnten Salze können fortgelassen werden. Der auf diese Weise abgeschiedene Schwefel kann in irgendeiner geeigneten Form wiedergewonnen werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Nutzbarmachung des Schwefels aus Abfällen der Viskoseseidenfabrikation nach Patent 368 969, dadurch gekennzeichnet, daß den Abfällen beim Erhitzen Metalloxyde, Superoxyde oder andere Sauerstoffüberträger zugesetzt werden.

689. Herminghaus & Co. G. m. b. H., Dr. L. Hesse und Dr. H. Rathert, Vohwinkel. Verfahren zur Nutzbarmachung von Abfällen und Abwässern der Viskosefabrikation.

D.R.P. 372 353 Kl. 29b vom 19. V. 1922, Zus. z. D.R.P. 368 969.

Das D.R.P. 368 969¹⁾ betrifft ein Verfahren zur Nutzbarmachung von Abfällen und Abwässern der Viskoseseidenfabrikation, nach welchem diese gegebenenfalls unter Zusatz von Salzen, welche keine unlöslichen Xanthate bilden, durch Ausfällung der koagulationsfähigen Stoffe mittels Erhitzen gereinigt und die Abfälle und Filtrate besonders verwendet werden. Damit die noch schwefelhaltigen koagulierten Rückstände bei der Zersetzung durch die Kohlensäure der Luft keine Ver-

¹⁾ Siehe S. 580.

anlassung zur Geruchsbelästigung geben können, werden den Abfällen, wie das Zusatzpatent 370 592 (s. vorstehend) beschreibt, beim Erhitzen Metalloxyde, Superoxyde oder katalytische Sauerstoffüberträger zugesetzt.

Es hat sich nun herausgestellt, daß der gleiche Zweck, nämlich die Vermeidung der Geruchsbelästigung, erreicht werden kann, wenn man zunächst die Koagulation nach dem Hauptpatent vor sich gehen läßt, und die koagulierten Rückstände, welche noch mehr oder minder schwefelhaltig sind, mit sehr geringen Mengen der in dem Zusatzpatent angegebenen Zusätze oder anderen Stoffen überstreut. Man verwendet zu diesem Zweck beispielsweise Eisenoxyd, Nickeloxyd, Mangansuperoxyd, Eisenfeile, Blutkohle, Zuckerkohle u. dgl. Es ist überraschend, daß bereits eine außerordentlich geringe Menge die Geruchsentwicklung an der Oberfläche der in Haufen gesetzten koagulierten Abfälle zu unterdrücken vermag, und daß diese entstehende Schicht imstande ist, etwa aus dem Inneren des Haufens stammende Gerüche ebenfalls zu zersetzen. Der Vorteil dieses Verfahrens liegt in einer sehr erheblichen Ersparnis an Chemikalien unter Erzielung des gleichen technischen Effektes.

Patentanspruch: Verfahren zur Nutzbarmachung von Abfällen und Abwässern der Viskoseidefabrikation nach D.R.P. 368 969, dadurch gekennzeichnet, daß man zunächst die Koagulation vornimmt und dann die koagulierten Rückstände mit sehr geringen Mengen von Metalloxyden, Superoxyden, katalytischen Sauerstoffüberträgern oder ähnlich wirkenden Stoffen behandelt.

690. Herminghaus & Co. G. m. b. H., Elberfeld, Dr. L. Hesse, Barmen, und Dr. H. Rathert, Elberfeld. Verfahren zur Vernichtung von Schwefelkohlenstoff in Abgasen.

D.R.P. 412 113 Kl. 12g vom 3. III. 1922.

Die Entfernung von Schwefelkohlenstoff aus Abgasen, z. B. von Viskosekunstseidefabriken, von Schwefelkohlenstoffabriken, Vulkanisieranstalten, Gummiwarenfabriken, von Fettextraktionsanlagen, stellt ein Problem dar, dessen befriedigende Lösung der Technik bisher nicht geglückt ist. Es sind zwar eine ganze Reihe von Verfahren dieser Art vorgeschlagen worden, keines ist aber technisch wirklich brauchbar. Unvollständig wird die Entfernung von Schwefelkohlenstoff aus Abgasen durch starke Kühlung und Verflüssigung bewirkt. Entsprechend der hohen Dampfspannung des Schwefelkohlenstoffs verlassen jedoch hierbei noch beträchtliche Mengen von Schwefelkohlenstoff die Kühlanlage in Gasform. Wäscht man die schwefelkohlenstoffhaltigen Abgase mit Ölen zur Entfernung des Schwefelkohlenstoffs, so ist nur bei Anordnung mehrerer hintereinander stehender Apparate nach dem Gegenstromprinzip eine fast vollständige Entfernung des Schwefelkohlenstoffs möglich. Der Umlauf der verschieden stark verunreinigten Öle erfordert schärfste Beaufsichtigung. Die Wiedergewinnung des Schwefelkohlenstoffs und die Reinigung der Öle ist aber wegen der Schwierigkeit der Destillation und der Kostspieligkeit der Anlage nur in einer Schwefel-

kohlenstoff herstellenden Fabrik möglich. Die Verwendung und Lagerung größerer Mengen Öl erhöht zudem die Brandgefahr. Die vollständige Entfernung des Schwefelkohlenstoffs aus Abgasen gelingt bisher nur dadurch, daß man die sauerstoffhaltigen Abgase so hoch erhitzt, daß eine Verbrennung zu Schwefeldioxyd eintritt. Die Entfernung der schwefligen Säure aus den Abgasen ist schwierig, sie müssen durch hohe Schornsteine abgeleitet werden. Abgesehen davon, daß das Material der Schornsteine von den schweflige Säure enthaltenden Gasen stark angegriffen wird, besteht bei diesem Verfahren auch noch die Gefahr von Explosionen. Es bedarf daher einer sorgfältigen Betriebsüberwachung und kostspieliger Anlagen.

Es hat sich nun herausgestellt, daß man den in Abgasen enthaltenen Schwefelkohlenstoff auf nassem Wege gefahrlos und ohne kostspielige Überwachung dadurch beseitigen kann, daß man die Abgase mit einem Oxydationsmittel bei Gegenwart von wäßriger Alkalilauge behandelt. Das Verfahren kann beispielsweise derart ausgeführt werden, daß man die Abgase in einem sog. Waschdesintegrator mit dem Gemisch von Oxydationsmittel und Alkalilauge behandelt. Man kann die Abgase auch durch Türme od. dgl. streichen lassen, welche mit Alkalilauge, Oxydationsmittel und einem wasserlöslichen oder mit Wasser emulgierbaren Lösungsmittel für Schwefelkohlenstoff berieselt werden.

Als Lösungsmittel können beispielsweise Ölemulsionen, sulfurierte Rizinusöle, Seifen usw., gegebenenfalls unter Zusatz von organischen Lösungsmitteln für Schwefelkohlenstoff, wie z. B. Tetrachlorkohlenstoff, Tetralin und anderen chlorierten oder hydrierten Kohlenwasserstoffen, angewendet werden. Es lassen sich auch Gemische verschiedener Lösungsmittel verwenden. Es bleibt unbenommen, die Menge des Lösungsmittels, des Alkalis und des Oxydationsmittels derart zu bemessen, daß das Lösungsmittel im Überschuß ist. An Stelle von Alkalilauge können auch andere Alkalien, beispielsweise Soda, verwendet werden. Man kann den ganzen Vorgang auch in zwei Arbeitsstufen durchführen derart, daß man zunächst den Schwefelkohlenstoff aus den Abgasen durch eines der genannten Lösungsmittel entfernt und in einem zweiten Arbeitsgang diese Lösungen oxydiert. Der Verbrauch an Lösungsmitteln ist gering, da einerseits die benötigten Mengen sehr gering sind, und andererseits die Lösungsmittel bei der Aufarbeitung der oxydierten Lauge größtenteils wiedergewonnen werden können. Der Verbrauch an Oxydationsmitteln ist wesentlich geringer als sich aus der restlosen Verbrennung des Schwefelkohlenstoffs zu CO_2 und 2SO_2 berechnet. Merkwürdigerweise wird nämlich der Schwefelkohlenstoff bei dem Verfahren gemäß der Erfindung z. T. so aufgespalten, daß sich Kohlensäure und Schwefelwasserstoff bildet, welche letzterer nur bei einem erheblichen Überschuß von Oxydationsmitteln und längerer Einwirkungszeit weiter oxydiert wird. Die oxydierten Endlauge kann man auf die verschiedenste Art aufarbeiten. Man kann sie als schwefelalkalihaltige Lösungen zur weiteren Absorption von Schwefelwasserstoffgasen oder Schwefligsäuregasen benutzen oder auch z. B. auf festes Schwefelnatrium verarbeiten. Infolge des Absorptions-

und des Oxydationsvorganges in wäßriger Lösung ist die Gefahr der Entzündung der Abgase ausgeschaltet. Die Anlage ist derart einfach, daß jeder Verbraucher von Schwefelkohlenstoff in der Lage ist, nach diesem Verfahren zu arbeiten. Als Oxydationsmittel verwendet man zweckmäßig Wasserstoffsuperoxyd. Man kann aber auch andere Oxydationsmittel benutzen, wie z. B. Kaliumpermanganat, Kaliumbichromat, Chlorlauge, oder auch je nach der Apparatur Suspensionen von Oxydationsmitteln, z. B. Chlorkalk, Bariumsuperoxyd oder andere Superoxyde oder Oxyde, auch Sauerstoff, Ozon usw. Als Stabilisierungsmittel für Wasserstoffsuperoxyd verwendet man Harnstoff oder andere Stabilisatoren, wie Magnesiumsalze od. dgl. Bei Verwendung von Soda an Stelle von Natronlauge wird die Reaktionsgeschwindigkeit geringer. In diesem Falle braucht man keine besonderen Stabilisierungsmittel zu verwenden. Zur Einleitung oder Beschleunigung der Oxydationswirkung kann man einen Katalysator zusetzen, z. B. Eisenoxyd.

Ausführungsbeispiel: 300 g 30 % iges Wasserstoffsuperoxyd werden mit 600 g Harnstoff, 5 kg 8 % iger Natronlauge und etwa 800 g Monopolbrillantöl vermischt; mit dieser Lösung berieselt man einen Turm, in welchem man schwefelkohlenstoffhaltige Abgase in der Lösung entgegengesetzter Richtung einleitet. Die Abgase verlassen den Turm frei von Schwefelkohlenstoff.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Vernichtung von Schwefelkohlenstoff in Abgasen, dadurch gekennzeichnet, daß man die Abgase bei Gegenwart von Alkali mit Oxydationsmitteln behandelt.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Abgase in Berieselungstürmen oder ähnlichen Apparaten mit dem Gemisch von Oxydationsmitteln und Alkalilauge behandelt.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, gekennzeichnet durch die gleichzeitige Anwendung eines wasserlöslichen oder mit Wasser emulgierbaren Lösungsmittels für Schwefelkohlenstoff, gegebenenfalls unter Zusatz von organischen Schwefelkohlenstofflösungsmitteln.

4. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1—3, dadurch gekennzeichnet, daß man den Schwefelkohlenstoff aus den Abgasen zunächst durch ein Lösungsmittel absorbiert und die erhaltene Lösung darauf oxydiert.

5. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1—4, gekennzeichnet durch die gleichzeitige Anwendung eines Katalysators.

Nach Glanzfäden A.-G.

691. Glanzfäden A.-G., Petersdorf i. Riesengeb. Verfahren zur Nachbehandlung aus Viskoselösungen hergestellter Gebilde. Franz. P. 551 742, angem. 19. V. 1922 (Prior. Deutschl. 27. X. 1921); brit. P. 187 942; schweiz. P. 100 144; österr. P. 95 770.

Das D.R.P. 389 394¹⁾ und die dazugehörigen Zusatzpatente²⁾ 402 405, 403 845 und 405 002 betreffen Verfahren zur Herstellung eines wolle-

¹⁾ Siehe S. 1031. — ²⁾ Siehe S. 1033 u. 1034.

artigen Gespinstes oder schappeartiger Garne aus neuartigen Viskoselösungen. Hierbei wurde bereits darauf hingewiesen, daß bei großer Feinheit der Einzelfädchen ein Garn erhalten wird, das ganz den Charakter der echten Seide besitzt. Die Zähflüssigkeit und das langsame Koagulationsvermögen der neuartigen Spinnmasse, welche Eigenschaften in den genannten Patenten besprochen wurden, gestatten natürlich ein viel weiteres Ausziehen der gesponnenen Fädchen im offenen Spinnbade als bei Benutzung der üblich gereiften Viskose. Vergleichsweise kann bei Anwendung gleicher Fällbäder und gleich großer Düsenlöcher aus den neuartigen Lösungen ein Einzeltiter von 1—3 Deniers gesponnen werden, während bei gereiften Viskoselösungen 6 Deniers die unterste Grenze bildeten. Es ist ohne weiteres verständlich, daß frisch gesponnene Garne, die aus derartig feinen Einzelfädchen bestehen, einer sehr sachgemäßen Nachbehandlung unterzogen werden müssen, um letzten Endes einen unverletzten Faden von gleichmäßigen Eigenschaften zu erhalten. Die bekannte, für aus gereifter Viskose gesponnene Fäden angewandte Nachbehandlung besteht in gründlicher tagelang fortgesetzter Auswaschung der Stränge oder Garnschichten mittels Wasserbäder, um auf diese Weise die Fäden von der noch anhängenden sauren Fällbadflüssigkeit und den in ihr eingeschlossenen Zersetzungsprodukten des Schwefelkohlenstoffs zu befreien. Hiernach werden die Fäden mittels Schwefelalkalien entschwefelt und zum zweiten Male ausgewaschen.

Diese bekannte Methode hat sich bei dem vorliegenden Verfahren nicht bewährt; der überschüssige Schwefelkohlenstoff der vollkommen ungereiften Viskoselösungen zersetzt sich nicht wie bei gereinigten Lösungen unter dem tagelangen Einfluß des Alkalis zu Sulfiden, sondern wird zum größten Teil in unzersetztem Zustand beim Spinnen innerhalb des sonst vollkommen erhärteten Zellulosehydratfadens eingeschlossen. Er ist aus diesem mittels Wasserbäder nur sehr langsam und ungleichmäßig zu verdrängen. Heiße Wasserbäder beschleunigen zwar den Vorgang, führen aber infolge Gasbildung leicht zur Verletzung der sehr feinen Fädchen.

Man hat auch die Entschwefelung von Viskosefäden mit entschwefelnden Mitteln vorgeschlagen, die allerdings meistens alkalisch reagieren. Dagegen bezieht sich die Erfindung keineswegs auf die Entschwefelung des Fadens, sondern auf das Unterlassen des sonst vor dem Entschwefeln geübten Auswaschens der Spinnbadflüssigkeit mit Wasser und auf das sofortige Überführen des frisch gesponnenen Garnes von dem sauren in den alkalischen Zustand. Das wird erreicht, indem man die Stränge in verdünnte Natronlauge taucht, weil es erst dann gelingt, den in den Fäden eingeschlossenen unzersetzten Schwefelkohlenstoff zu verdrängen. Darüber hinaus wird nur eine Ausführungsform beansprucht, diesen Verdrängungsvorgang mit der Entschwefelung, d. i. die Ausscheidung fester Schwefelprodukte, zu kombinieren. Um das zu erreichen, was den Gegenstand der Erfindung ausmacht, genügt aber nicht der alkalische Charakter der entschwefelnden Stoffe, sondern es muß freies Alkali in der Flotte vorhanden sein. Der Erfindung liegt

die Erkenntnis zugrunde, daß die Durchlässigkeit der Fadensubstanz eine ganz andere und für den Zweck viel günstigere ist, sobald der Faden vom sauren Zustand in den alkalischen überführt wird. Der im Faden eingeschlossene Schwefelkohlenstoff entweicht in diesem Falle fast augenblicklich aus seinem Innern, ohne ihn im geringsten zu verletzen oder zu deformieren. Die gesamte Nachbehandlung der Garne gestaltet sich in diesem Falle außerordentlich einfach, da die Entsäuerung, die Befreiung von Schwefelkohlenstoff und die sog. Entschwefelung, welche die Entfernung fester Schwefelprodukte bewirkt, in einer einzigen Operation vollzogen werden kann.

Beispiel 1. Die frisch gesponnenen Stränge oder Garnschichten, welchen noch das saure Spinnbad anhaftet, werden ohne jede Vorwaschung in ein etwa 30° warmes Bad eingebracht, welches etwa 1/2% Ätznatron oder anderes Alkali oder alkalische Salze enthält, welche geeignet sind, das saure Gespinnst in den alkalischen Zustand überzuführen. Hierauf wird in üblicher Weise entschwefelt, gründlich mit Wasser ausgewaschen und dann getrocknet.

Beispiel 2. Die frisch gesponnenen sauren Stränge oder Garnschichten werden ohne Vorwaschung in einem etwa 60° warmen alkalisch gehaltenen Bade, welches etwa 1–2% Schwefelnatrium enthält, kurze Zeit behandelt. Da gleichzeitig mit der Verdrängung des Schwefelkohlenstoffes aus dem Innern des Fadens die Entsäuerung und Entschwefelung stattfindet, ist hiernach nur ein einmaliges Auswaschen erforderlich.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

692. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Abscheidung von Zellulose aus Viskoselösungen.

D.R.P. 411 600 Kl. 29 b vom 12. XII. 1922.

Bei der Verarbeitung von Viskose gibt es Anfälle von Viskoselösungen, für die bisher keine Verwendung bestand. Nach der Patentschrift 323 891 Kl. 29 b¹⁾ kann man durch mäßiges Erwärmen der verdünnten Viskoselösung ein polymerisiertes Xanthogenat erhalten, das sich von der Lösung gut abtrennen und dann wieder in Natronlauge lösen läßt. Es ist weiter bekannt, daß durch stärkeres Erhitzen der Viskose das Xanthogenat zersetzt und Zellulosehydrat zur Abscheidung gebracht werden kann. Dieses fällt dabei in stark hydratisierter, gelatinöser Form aus, so daß die Abtrennung von der überstehenden alkalischen Flüssigkeit schwierig ist und das Waschen erhebliche Zeit erfordert.

Es wurde nun die Beobachtung gemacht, daß man die Zellulose auf einfache Weise rein und in sandig pulveriger Form gewinnen kann, indem man Viskoselösungen aller Art in eine kochende, wäßrige, nicht saure Flüssigkeit unter kräftigem Umrühren einlaufen läßt. Die Zellulose fällt dabei in körniger Form aus. Der Fällungsvorgang wird solange fortgesetzt, als sich der entstehende Brei noch gut umrühren

¹⁾ Siehe S. 386.

läßt. Als Fällungsflüssigkeit kann man Wasser, neutrale Salzlösungen (z. B. Natriumsulfat und andere), besonders vorteilhaft aber gerade die verdünnte Flüssigkeit verwenden, die bei früheren Fälloperationen abfiel. Man erhält auf diese Weise schließlich erheblich konzentrierte Laugen, die anderweitig verwendbar werden. Die ausgeschiedene Zellulose kann durch Absaugen oder Abschleudern leicht und gut von der Flüssigkeit getrennt und gewaschen werden. Die Zellulose bleibt zuletzt als ein grauweißes, feuchtes, krümliges Pulver zurück, das die anhaftende Feuchtigkeit beim Trocknen leicht abgibt. Es verbleibt ein feinkörnig-sandiges, leicht zerreibbares Pulver, das für die verschiedenartigsten Verwendungszwecke geeignet ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Abscheidung von Zellulose aus Viskoselösungen in leicht abtrennbarer, nicht gelatinöser, feinkörnig-sandig trockner Form, dadurch gekennzeichnet, daß man Viskoselösung unter kräftigem Umrühren in eine kochende, wäßrige, nicht saure Flüssigkeit einlaufen läßt.

4. Aus Lösungen von Zellulosehydrat in Ätzalkali.

Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.

693. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Frankfurt a. M. Verfahren zur Herstellung künstlicher glänzenden Fäden, Filme und Apprets.

D.R.P. 155 745 Kl. 29b vom 31. V. 1902 (gelöscht); brit. P. 17 501¹⁹⁰²; österr. P. 20 407.

Die Erfindung bezweckt die Herstellung künstlicher glänzender Fäden, Filme und Apprets mit Hilfe von Zellulosehydratlösungen. Solche Lösungen werden durch Auflösung von Zellulosehydrat in einer 3—4%igen wäßrigen Ätzkali- oder Ätznatronlösung gewonnen. Die Herstellung solcher Lösungen ist bekannt, jedoch haben diese bis jetzt zu dem erwähnten Zwecke niemals Anwendung gefunden. Ferner ist bekannt, daß das Zellulosehydrat aus diesen Lösungen durch Zusatz von Säuren oder Salzen, welche die Bindung des Alkalis herbeiführen, chemisch unverändert wieder abgespalten werden kann. Auf Grund dieses bekannten Vorganges werden bei der Verwendung von Alkali-zellulosehydratlösungen zum Zwecke der Herstellung künstlicher glänzender Fäden, Filme oder Apprets solche Säuren oder Salzlösungen als Fällflüssigkeiten benutzt.

Zur Durchführung des Verfahrens werden z. B. 100 Gwte. Kunstseideabfall, wie er sich bei deren Fabrikation und Verwendung ergibt, in 1200 Gwtn. Natronlauge vom spez. Gew. 1,120 gelöst. Läßt man nun auf bekannte Weise die so erhaltene gallertartige Lösung durch einen engen Schlitz oder ein Kapillarröhrchen in mäßig konzentrierte Säuren, gesättigte konzentrierte saure Salzlösungen, z. B. Bisulfat oder auch Ammoniumsalze, treten, so scheidet sich das Zellulosehydrat in zusammenhängender Form ab; es gibt einen farblosen, ziemlich festen, glänzenden Film oder Faden, der, wie bekannt, weiter behandelt wird.

Oder: In 100 T. Schwefelsäure von 60° Bé werden 10 T. Baumwolle in der Form von gewaschenen, trockenen Baumwollabfällen rasch eingetragen, gut durchgearbeitet, bis alles gleichmäßig verteilt ist, und das Ganze in dünnem Strahl sofort in viel Wasser unter stetem Rühren eingegossen. Das ausgeschiedene Zellulosehydrat wird gut gewaschen, abgepreßt und in 100 T. Natronlauge vom spez. Gew. 1,120 gelöst.

Auch von dem Zellulosethiokarbonat, der Viskose, kann man ausgehen. Zersetzt man deren Lösung durch längeres Erhitzen auf 90° C oder dadurch, daß man wäßrige Viskoselösung unter stetem Rühren in verdünnte Mineralsäuren usw. gießt, so scheidet sich Zellulosehydrat ab, welches mit Wasser gut gewaschen und ausgepreßt wird, um die Beiprodukte zu entfernen. Das so erhaltene feuchte Zellulosehydrat wird nun in möglichst wenig 30% iger Natronlauge gelöst. Diese Lösung kann je nach Art ihrer Verwendung mit Wasser entsprechend verdünnt werden. Aus einer derartigen Alkalizellulosehydratlösung erfolgt die Abscheidung des Zellulosehydrates in gleicher Weise wie bei den anderen oben angeführten Lösungen. Zum Zwecke der Erhöhung des Glanzes, der Klebkraft oder der Festigkeit des ausgeschiedenen Produktes benutzt man mit Vorteil einen Zusatz alkalisch gelöster Stoffe, welche sich durch alkalibindende Mittel ausscheiden lassen, wie z. B. natürliche Seide, Kasein, Albumin usw.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher glänzender Fäden, Filme und Apprets, gekennzeichnet durch die Anwendung einer Alkalizellulosehydratlösung, welche durch Auflösen von Zellulosehydrat in einer 3–4% igen wäßrigen Ätzkali- oder Ätznatronlösung gewonnen und in einem Fällbad von Säuren, sauren Salzen und Ammoniumsalzen auf bekannte Art zu Fäden, Filmen und Apprets verarbeitet wird.

2. Bei dem unter 1. gekennzeichneten Verfahren die Anwendung von in alkalischen Laugen gelösten Stoffen, wie natürliche Seide, Kasein, Albumin usw., als Zusätze zur Alkalizellulosehydratlösung.

Nach Lilienfeld.

694. L. Lilienfeld, Wien. Herstellung von Zelluloselösungen, Kunstseide, künstlichem Roßhaar u. a. m.

Brit. P. 212 864 vom 2. VI. 1923 (Prior. 15. II. 1923).

Man löst Zellulose oder ihre Umwandlungsprodukte unter ständigem Bewegen in Alkalilaugen von 2–16%, am besten 4–10%, bei Temperaturen nicht über 5°, zweckmäßig bei – 5 bis – 15°. Die Lösung koaguliert man durch Salze, Säuren, Alkohole oder durch Erhitzen, sie dient zur Herstellung von Kunstfäden u. a. m.

695. L. Lilienfeld, Wien. Herstellung von Zelluloselösungen und Kunstseide usw. daraus.

Brit. P. 217 168 vom 9. VII 1923 (Prior. 6. VI. 1923).

Man behandelt Zellulosekörper mit starker Schwefelsäure bei Temperaturen nicht unter – 9° C und nicht über + 6° C, vorzugsweise zwischen – 5 und + 5° C und nimmt nicht mehr als 4 und nicht weniger

als 2 Teile Monohydrat auf 1 T. lufttrockne Zellulose. Zur Abscheidung der Produkte wird die Lösung, der Teig oder die Paste mit Schnee, gemahlenem Eis, verdünnter gekühlter Säure, kalter Salzlösung u. a. m. gefällt und nach Waschen in Ätznatronlösung gelöst.

5. Aus Zellulosefettsäureestern und -äthern.

Von nicht geringerer Bedeutung als die Kunstseide aus Viskose ist im Laufe der letzten Jahre die aus Zellulosefettsäureestern, besonders aus Zelluloseacetaten, geworden. Die hervorragenden Eigenschaften der Acetatseide lassen, da die anfangs bestehenden Schwierigkeiten, die Seide zu färben, beseitigt sind, diese praktisch jüngste Kunstseide als besonders wichtig erscheinen.

Nach Mork, Little und Walker.

696. H. S. Mork, Boston, A. D. Little, Brookline, und W. H. Walker, Newton. Künstliche Seide.

Ver. St. Amer. P. 712 200.

Wasserfeste, stark glänzende und keiner Denitrirung bedürftige Kunstseide stellen die Erfinder aus Zelluloseestern organischer Säuren, besonders Tetraacetylzellulose, her. Die Zelluloseester werden für sich allein oder nach Zusatz geschmeidig und elastisch machender Stoffe (Ölsäure, acetyliertes Rizinusöl, Thymol, Phenol usw.) auf Fäden verarbeitet.

Dieselben Erfinder geben in dem

697. Ver. St. Amer. P. 792 149

folgendes Beispiel: 100 g Zelluloseacetat werden zu 1000 g Chloroform und 50 g Kresol gegeben, und das Ganze wird umgerührt, bis Lösung eingetreten ist. Nach Zusatz einer Lösung von 50 g Ölsäure in 200 g Chloroform wird sorgfältig filtriert. Die Lösung wird durch feine Öffnungen in ein Fällungsbad aus z. B. Paraffinen, Petroleumnaphtha, Terpenen, Terpentin, Kampferöl usw. gepreßt, die gebildeten Fäden werden aufgewickelt und unter Spannung erhitzt, bis die flüchtigen Stoffe entfernt sind. Die Fäden werden dann gefärbt, auch kann der Zelluloseester vor der Auflösung oder die Chloroformlösung vor der Fadenbildung gefärbt werden. Als wesentlich wird die Verwendung eines leicht flüchtigen und eines schwer flüchtigen Lösungsmittels bezeichnet.

Nach Mork.

698. H. S. Mork, Boston. Verfahren zur Behandlung von Zelluloseacetaten.

Brit. P. 20 672¹⁹¹⁰.

Das Verfahren besteht, soweit es sich auf Kunstseide aus Zellulose-triacetat bezieht, in einer mit alkalischen Mitteln ausgeführten teilweisen Verseifung, durch die es ermöglicht wird, mit einer größeren Zahl von Farbstoffen als bisher direkt aus wäßriger Lösung zu färben. Auch

wird durch diese Behandlung die Dehnbarkeit und Stärke der Faser beträchtlich gesteigert.

Etwas Ähnliches betrifft das Ver. St. Amer. P. 1 074 092 desselben Erfinders.

699. H. S. Mork, Boston. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Häutchen und Massen aus Zelluloseacetat.

Ver. St. Amer. P. 1 107 222.

Das Acetat wird in einem Lösungsmittel gelöst, welches zum großen Teil aus Acetylentetrachlorid besteht. Gefällt wird mit einem Gemisch aus aliphatischen Kohlenwasserstoffen, z. B. Petroleum und Acetylentetrachlorid; der Siedepunkt der Kohlenwasserstoffe ist höher als der des Acetylentetrachlorids.

Nach Mork und Coffin.

700. H. S. Mork, Brookline, und Ch. F. Coffin jr., Watertown, Mass. (Lustron Company Inc., Boston). Herstellung von Zelluloseacetatseide.

Ver. St. Amer. P. 1 551 112 vom 25. VIII. 1925, angem. 22. III. 1922.

Man koaguliert eine Lösung von Zelluloseacetat in Tetrachloräthan und einem aliphatischen Kohlenwasserstoff in einem Bade, welches ebenfalls einen aliphatischen Kohlenwasserstoff enthält.

Nach Lederer.

701. L. Lederer. Verfahren zur Herstellung geformter Zelluloseverbindungen.

Franz. P. 330 714; brit. P. 7341¹⁹⁰³.

Man löst acidylierte Zellulose z. B. in Essigsäure, Phenol, Chloroform u. dgl. und läßt die Lösung aus Öffnungen in Stoffe eintreten, welche, wie z. B. Alkohol, Benzol, Ligroin, sich mit dem Lösungsmittel der Acidylzellulose mischen, ohne diese selbst aufzulösen. Das entstandene, zunächst plastische Gebilde (Faden) wird nach einiger Zeit herausgezogen und bei mäßiger Wärme getrocknet. Man kann auch Mischungen von Lösungsmitteln für die acidylierte Zellulose anwenden und ihnen Farbstoffe, Gelatine, Terpentinöl, Kampfer sowie feste farbige oder farblose Stoffe, z. B. Metallpulver usw., zusetzen. Die erhaltenen Gebilde haben eine bemerkenswerte Zugfestigkeit, zeigen einen schönen Glanz und sind undurchlässig für Wasser.

702. Dr. L. Lederer, Sulzbach, Oberpfalz. Verfahren zur Herstellung von geformten Zelluloseverbindungen aus aliphatischen Zelluloseestern.

D.R.P. 188 542 Kl. 29b vom 3. II. 1905 (gelöscht); brit. P. 6751¹⁹⁰⁵.

Durch das Patent 175 379 ist ein Verfahren zur Herstellung von Lösungen der Zelluloseester mittels Acetylentetrachlorid geschützt. Dieses Lösungsmittel ist auch ganz besonders zur Herstellung von geformten Zelluloseverbindungen, wie Blöcken, Platten, Stäben, Röhren,

Bändern, Fäden u. dgl., geeignet, da die damit erzeugten Produkte eine wesentlich höhere Elastizität besitzen als mit Hilfe anderer Zelluloseester lösender Mittel hergestellte. Es rührt dies anscheinend davon her, daß das Acetylentetrachlorid hierbei eine ähnliche Rolle spielt wie Kampfer in dem Zelluloid. Bei der Herstellung geformter Produkte aus Zelluloseestern dient das Acetylentetrachlorid zunächst als Erweichungs- oder Verflüssigungsmittel. Durch Pressen in Formen oder durch geeignete Öffnungen hindurch wird der Masse, der beliebig andere Stoffe sowie auch Füllmittel zugesetzt werden können, die gewünschte Form gegeben. Mittels derartiger Behandlung wird jede Zersetzung, die beim Verdunsten der Lösungen bei Anwendung höherer Temperaturen unter gewissen Umständen eintritt und die Elastizität des geformten Produktes beeinträchtigt, vollständig vermieden. Um dünne Fäden zu erzeugen, läßt man die Lösung des Zelluloseesters in feinem Strahl in Alkohol oder eine andere, Zelluloseester nicht lösende Flüssigkeit treten. Man kann aber auch ohne Anwendung eines Fällungsmittels arbeiten.

Beispiele: 1. 10 T. Zelluloseacetat werden mit einem Gemisch von 3 T. Alkohol und 16 T. Acetylentetrachlorid durchfeuchtet, in Formen gepreßt und dann an der Luft oder in einem warmen Raum getrocknet. 2. 10 T. Zelluloseacetat werden in 80 T. Acetylentetrachlorid, dem 5 T. Alkohol zugefügt sind, gelöst und die Lösung wird sodann auf Glasplatten ausgegossen und eingetrocknet.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von geformten Zelluloseverbindungen aus aliphatischen Zelluloseestern unter Anwendung von Acetylentetrachlorid als Verflüssigungsmittel.

703. Dr. L. Lederer, Sulzbach, Oberpfalz. Verfahren zur Herstellung von geformten Zellulosegebilden.

D.R.P. 210 778 Kl. 29b vom 1. VIII. 1906 (gelöscht); brit. P. 19 107¹⁹⁰⁶; franz. P. 368 766; Ver. St. Amer. P. 1 028 748.

Für die Herstellung von Fäden aus den Estern der Zellulose wurden bisher die Nitro- und Acetylerster benutzt. Es wurde nun gefunden, daß für diesen Zweck die in dem Patent 179 947 der Kl. 12o beschriebenen, durch Einwirkung von Essigsäureanhydrid oder Acetylchlorid auf die Nitroderivate der Zellulose erhaltenen acetylierten Nitrozellulosen sich besonders gut eignen und den Nitro- und Acetylzellulosen wesentlich überlegen sind. Die aus diesen acidylierten Nitrozellulosen hergestellten Fäden haben hohen Glanz und große Festigkeit; sie brennen weit ruhiger ab als die aus Nitrozellulose gewonnenen Fäden und lassen sich auch weit leichter denitrieren. Vor allem sind sie aber, was nicht voraussehen war, nach dem Denitrieren den aus Nitrozellulose oder aus Acetylzellulose hergestellten Fäden in ihrem Verhalten zu Farbstoffen sehr erheblich insofern überlegen, als sie ganz besonders leicht ohne jede Vorbehandlung Farbstoffe aufnehmen.

Um Fäden aus gemischten Zelluloseestern zu erzeugen, verfährt man in üblicher Weise, indem man ihre aus feiner Öffnung austretende Lösung entweder in mit heißer Luft erfüllte Räume oder in Fällungsmittel

treten läßt. Die Fäden werden darauf behufs Denitrirung mit Schwefelalkalien, Kupferchlorür od. dgl. behandelt. Man kann die Produkte endlich durch Behandeln mit Alkalien oder Schwefelsäure teilweise oder völlig entacetylieren, wobei man schließlich zu reiner Zelluloseseide gelangt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von geformten Zellulosegebilden, darin bestehend, daß man Lösungen acidylierter Nitrozellulosen, wie Acetylnitrozellulose, in dünnem Strahle in überhitzte Räume oder in Fällungsmittel treten läßt und die erhaltenen Fäden hierauf denitriert.

2. Eine Ausführungsform des nach Anspruch 1 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß man den Fäden nach der Denitrirung mittels Alkali oder Säure ihre Acetylgruppen teilweise oder völlig entzieht.

Über Zelluloseacetonitrate siehe Berl und Watson Smith, Berl. Ber. 1908, S. 1839—1840.

704. Dr. L. Lederer, Sulzbach, Oberpfalz. Verfahren zur Herstellung von für die Gewinnung von Kunstfäden und ähnlichen Gebilden geeigneten Lösungen.

D.R.P. 240 751 Kl. 29b vom 4. VII. 1908 (gelöscht); österr. P. 42 440; franz. P. 402 072.

Für die Herstellung künstlicher Seide werden in der Technik hauptsächlich Lösungen von Zellulose, Nitrozellulose oder Acetylzellulose und nach der britischen Patentschrift 19 107¹⁹⁰⁶ (s. vorstehend) außerdem gemischte Zelluloseester, insbesondere acetylierte Nitrozellulose, benutzt. Die aus Zellulose und aus Nitrozellulose gewonnene Kunstseide färbt sich vorzüglich an, verliert jedoch in nassem Zustand sehr viel an Zugfestigkeit. Im Gegensatz hierzu nimmt Acetatseide Farbstoff nicht ohne weiteres an, sie ist aber gegen Nässe ganz unempfindlich. Es war nun von Interesse, gemischte Kunstfäden herzustellen, die die Vorzüge der beiden Kunstseidearten z. T. auf sich vereinigen mußten, ein Gedanke, der auch dem Verfahren des britischen Patents 19 107¹⁹⁰⁶ zugrunde liegt.

Dazu erschien es als das nächstliegende, von Lösungen auszugehen, die Nitro- und Acetylzellulose gleichzeitig enthalten. Es hat sich nun herausgestellt, daß man derartige Lösungen auf einfache und billige Weise erhalten kann, wenn man etwa 6 T. Nitrozellulose und 2 T. Acetylzellulose in 27 T. Aceton und 16 T. Acetylentetrachlorid auflöst. Überraschenderweise erhält man nämlich mit Hilfe dieser Lösungsmittel auch aus solchen Acetylzellulosen, die in Aceton unlöslich sind, und trotzdem Acetylentetrachlorid für sich allein Nitrozellulose nicht zu lösen vermag, eine durchaus homogene Flüssigkeit, aus der Kunstfäden und besonders Filme hergestellt werden können, die nach der Denitrirung unmittelbar Farbstoff aufnehmen, in ihrem Äußern von dem ursprünglichen Material nicht zu unterscheiden sind und wegen ihrer geringen Entflammbarkeit sich hervorragend als Ersatz für Zelluloidfilme in der Photographie u. dgl. eignen. Wendet man Lösungen mit steigendem Gehalt von Acetylzellulose an, so erhält man Produkte von

so beträchtlich verminderter Entflammbarkeit, daß die Denitrierung unterbleiben kann.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von für die Gewinnung von Kunstfäden und ähnlichen Gebilden geeigneten Lösungen, dadurch gekennzeichnet, daß Nitro- und Acetylzellulose gemeinsam in Acetylentetrachlorid-Acetongemischen gelöst oder Lösungen von Acetylzellulose in Acetylentetrachlorid und von Nitrozellulose in Aceton miteinander gemischt werden.

Der Gegenstand des

705. Zusatzpatentes 248 559 Kl. 29b vom 26. III. 1909 (gelöscht)

desselben Erfinders ergibt sich hinreichend aus dem

Patentanspruch: Ausführungsform des durch das Patent 240 751 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß an Stelle von Acetylentetrachlorid und Aceton völlig oder teilweise Chloroform und Essigester verwendet werden.

Nach Fürst Donnersmarck.

706. Fürst G. Donnersmarck'sche Kunstseiden- & Acetatwerke, Sydowaue, Kr. Greifenhagen. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden und ähnlichen Gebilden, insbesondere von künstlicher Seide, aus Zelluloseacetat.

D.R.P. 237 599 Kl. 29b vom 16. X. 1907, übertragen auf Internationale Zelluloseester Ges. m. b. H., (gelöscht).

Obwohl die für Verarbeitung zu Kunstfäden wertvollen Eigenschaften der Acetylzellulose allgemein anerkannt sind, ist es bisher nicht gelungen, Kunstfäden, insbesondere Kunstseide, aus Zelluloseacetat in industriell befriedigender Weise herzustellen. Wählt man nämlich den durch die Kunstseidenindustrie gewiesenen Weg, Zelluloseacetatlösungen unter Druck durch geeignete feine Öffnungen in Fällbäder eintreten zu lassen, so beobachtet man meist, selbst bei Verwendung langer Fällstrecken im Spinnbade, daß das entstehende Fadengebilde so geringe Festigkeit aufweist, daß die fabrikmäßige Herstellung von Fäden auf diese Weise ausgeschlossen erscheint. Versuche haben ergeben, daß man z. B. bei Verwendung einer Lösung von Acetylzellulose in Acetylentetrachlorid und eines Fällbades aus Wasser oder Alkohol nur unverarbeitbare Fadenbruchstücke erhält. Bei Verwendung von Chloroform als Lösungsmittel sind die Ergebnisse noch schlechter. Bessere, wenn auch keineswegs vollwertige Fäden werden bei Verwendung von Eisessig als Lösungsmittel und Wasser als Fällmittel erhalten. In allen Fällen aber zeigte es sich, daß nach dem Durchgange der Fäden durch die Fällbäder im Innern der erzielten Fadenstücke noch große Mengen unveränderter Spinnlösung enthalten waren, d. h. daß die immerhin verhältnismäßig kurze Zeit, während der die Fäden im Spinnbade verweilten, nicht genügte, um die in die Fällflüssigkeit gespritzten Flüssigkeitsstrahlen durch und durch zu koagulieren. Es bildete sich vielmehr immer nur eine mehr oder weniger dünne Oberflächenhaut, die dem Eindringen der Fällflüssigkeit ins Innere des so gebildeten Schlauches

solchen Widerstand entgegengesetzte, daß die Erstarrung des Gebildes nicht genügend schnell fortschreiten konnte, um das Reißen des Fadens durch sein Eigengewicht zu verhindern. Bei dem angeführten dritten Beispiel waren die Ergebnisse allerdings besser, und zwar deshalb, weil sich das Lösungsmittel in der Spinnlösung leicht mit dem Wasser des Fällbades mischt. Auch ist die Durchdringbarkeit der zunächst gebildeten Oberflächenschicht für Eisessig besser als z. B. für Acetylen-tetrachlorid.

Aus diesen Beobachtungen ergibt sich der Grundsatz, dessen Beobachtung allein zu einem befriedigenden Spinnen für Zelluloseacetatlösungen führen kann: die Wahl des Lösungsmittels für Herstellung der Spinnlösung einerseits und der Fällflüssigkeit andererseits muß so getroffen werden, daß Lösungsmittel und Fällflüssigkeit leicht mischbar sind, und daß das Lösungsmittel leicht durch dünne, ausgefällte Zelluloseacetatschichten hindurchzudiffundieren vermag. Bei den Kombinationen Acetylen-tetrachlorid und Wasser oder Chloroform und Wasser ist keine der Bedingungen erfüllt, bei der Kombination Acetylen-tetrachlorid und Alkohol nur die erste, bei Eisessig und Wasser die erste Bedingung vollkommen, die zweite besser als bei den vorgenannten Beispielen, aber noch nicht vollkommen.

Es wurde nun gefunden, daß diese Bedingungen in vorzüglicher Weise erfüllt werden, wenn man in der zuletzt erwähnten Kombination die Essigsäure durch Ameisensäure ersetzt. Die Spinnergebnisse übertreffen die mit Essigsäurelösung erzielten bedeutend. Nebenher werden noch andere gewichtige Nachteile, die der Verwendung der Essigsäure als Lösungsmittel beim Verspinnen von Zelluloseacetat anhaften, vermieden. In erster Linie ist die Löslichkeit der Acetyl-derivate in Essigsäure viel geringer als in Ameisensäure. Durch Wasser ausgefälltes und getrocknetes Zelluloseacetat, also das gewöhnliche Handelsprodukt, löst sich nur so schlecht in Essigsäure, daß an ein Verspinnen solcher Lösungen nicht gedacht werden kann. Die Verwendung der Essigsäure ist also auf Verspinnen mit Essigsäure verdünnter Reaktionsgemische der Acetylierung praktisch beschränkt. Außerdem haftet auch diesen Lösungen stets der Übelstand größerer oder geringerer Trübung an, die bei Anwendung von Ameisensäure wegfällt. Aus gefälltem und getrocknetem Zelluloseacetat sowohl wie durch Verdünnung des Reaktionsgemisches der Acetylierung lassen sich leicht innerhalb der durch die Verspinnbarkeit gegebenen Grenzen beliebig konzentrierte wasserklare Lösungen herstellen, die gegen Feuchtigkeit, im Gegensatz zu den Eisessiglösungen, völlig unempfindlich sind. Die Ausführung des Verfahrens erfolgt in der aus der Kunstseidefabrikation allgemein bekannten Weise. Selbstverständlich können zu beliebigen Zwecken geeignete Zusätze zur Spinnlösung wie auch zum Wasser des Fällbades gemacht werden. Beispielsweise sei die Zugabe von Ätzkalk zur Fällflüssigkeit erwähnt, um die Säure zu binden.

Beispiel: Eine 60%ige Auflösung von Zelluloseacetat in höchst-konzentrierter Ameisensäure wird mittels der bekannten Vorrichtungen in ein Bad aus reinem Wasser gespritzt, das durch zugegebenes Eis

zweckmäßig kühl gehalten wird. Der Faden wird nach dem Verlassen des Bades auf einer Spule aufgenommen und dann in bekannter Weise weiterverarbeitet.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden und ähnlichen Gebilden, insbesondere von künstlicher Seide, aus Zelluloseacetat, dadurch gekennzeichnet, daß eine Lösung von Zelluloseacetat in Ameisensäure durch an sich bekannte Vorrichtungen in ein aus Wasser oder einer wäßrigen Flüssigkeit bestehendes, u. U. mit Zusätzen versehenes Fällbad gespritzt wird, aus dem der Faden in an sich bekannter Weise aufgenommen und dann weiterverarbeitet wird.

Die Herstellung der Zelluloseacetatlösungen mittels Ameisensäure betrifft das D.R.P. 237 718 Kl. 29b vom 16. X. 1907 (gelöscht), franz. P. 400 652, schweiz. P. 46 329, brit. P. 6554¹⁹⁰⁹, Ver. St. Amer. P. 922 340 (auch Dr. A. Schloss).

Nach Internationale Zelluloseester-Gesellschaft m. b. H.

707. Internationale Zelluloseester-Gesellschaft m. b. H., Sydowsaue. Verfahren zur Herstellung von Zelluloseformiatlösungen.

D.R.P. 265 852 Kl. 22h vom 5. I. 1913 (gelöscht).

Es wurde gefunden, daß man Zelluloseformiat in Flüssigkeiten, welche es allein für sich nicht aufzulösen vermögen, löslich machen kann, wenn man ein- oder mehrwertige Phenole in diesen Flüssigkeiten zur Auflösung bringt. Man löst z. B. 30 kg Resorcin in 45 l Wasser und trägt in diese Lösung 10 kg Zelluloseformiat ein. Bei gutem Durchrühren geht das Formiat vollkommen in Lösung. Durch Einspinnen in ein Fällbad kann das Formiat als Faden abgeschieden werden. Aus dem Lösen von Zelluloseacetat in reinem Phenol unter Druck (Patentschrift 145 106) war auf das vorliegende Verfahren nicht zu schließen.

708. Internationale Zelluloseester-Gesellschaft m. b. H., Sydowsaue. Verfahren zur Herstellung von Zelluloseformiatlösungen.

D.R.P. 265 911 vom 5. I. 1913 (gelöscht).

Die Zahl der für Zelluloseformiat bekannten Lösungsmittel ist sehr beschränkt. Außer Ameisensäure findet man in der Literatur nur verdünnte Schwefelsäure oder Essigsäure, Pyridin und Chlorzinklösung angegeben. Die Säuren können, da sie Maschinenteile usw. leicht angreifen, nur unter besonderen Vorsichtsmaßregeln verwendet werden und haben außerdem den Nachteil, daß sie allmählich zersetzend auf das Zellulosemolekül einwirken. Auch Chlorzink wirkt in ähnlicher Weise abbauend auf den Zelluloseester, so daß die Lösungen nur beschränkte Zeit haltbar sind. Pyridin aber kommt als Lösungsmittel für den vorliegenden Zweck in großem Maßstabe gar nicht in Frage wegen seines hohen Preises, seines widerlichen Geruches und seiner Giftigkeit.

Es wurde nun gefunden, daß man Zelluloseformiat in Flüssigkeiten, welche es allein für sich nicht aufzulösen vermögen, löslich machen kann, indem man Chloralhydrat oder Chloralalkoholat in diesen Flüssig-

keiten zur Auflösung bringt, und daß die so hergestellten Lösungen die obigen Nachteile nicht zeigen. Es werden z. B. 8 kg Chloralhydrat in 10 l Wasser gelöst und in diese Lösung 1 kg Zelluloseformiat eingetragen und gut durchgerührt, wobei letzteres vollkommen in Lösung geht.

Aus den so gewonnenen Lösungen kann das Zelluloseformiat in beliebiger Form abgeschieden werden, z. B. durch Einspinnen in ein Fällbad als Faden. Die zur Auflösung benutzte Verbindung kann, wenn erforderlich, aus den geformten Gebilden durch Auswaschen entfernt werden.

Die lösende Wirkung von Chloralhydrat und Chloralalkoholat ist bereits für Nitrozellulose und Acetylzellulose bekannt (vgl. die Patentschriften 151 918, 189 703 und 220 228). Daraus kann aber nicht auf ein ähnliches Verhalten der Zelluloseformiate geschlossen werden, weil diese ein völlig anderes Lösungsvermögen zeigen wie jene und z. B. in den gebräuchlichen Lösungsmitteln für Acetate resp. Nitrozellulosen (Aceton, Essigester, Eisessig, Acetylentetrachlorid, Benzol-Alkohol, Dichloräthylen-Alkohol, Amylacetat usw.) gänzlich unlöslich sind. Und andererseits ist das vorliegende Verfahren, z. B. mit einer wäßrigen Chloralhydratlösung, auf Acetate oder Nitrozellulosen gar nicht anwendbar, indem diese sich hierin nicht auflösen.

Nach Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co.

709. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen. Neue künstliche Seide.

Brit. P. 28 733¹⁹¹⁴; franz. P. 350 442.

Lösungen von Triacetylzellulose (brit. P. 21 628¹⁹⁰¹), z. B. eine 15%ige Lösung in Chloroform, werden durch kapillare Öffnungen in über den Siedepunkt des Lösungsmittels erhitzte Räume oder Fällflüssigkeiten, z. B. Alkohol oder Benzol, eingepreßt. Der erhaltene Faden hat großen Glanz, ist fest und weich, widerstandsfähig gegen Säuren und Alkalien und nicht entzündbarer als die bekannte Kunstseide aus Kollodium.

710. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von Lösungen von Zelluloseacetaten.

Franz. P. 418 309; brit. P. 16 932¹⁹¹⁰; Ver. St. Amer. P. 988 965.

Bekanntlich kann man Lösungen von Zelluloseacetaten mit Hilfe von Acetylentetrachlorid herstellen. Es war zu erwarten, daß die Chlorderivate des Äthylens, Trichloräthylen und Dichloräthylen, auch die Zelluloseacetate lösen würden. Dies ist jedoch nicht der Fall. Trichloräthylen löst Zelluloseacetate nicht, auch nicht bei Zusatz von Alkohol. Dichloräthylen für sich löst Zelluloseacetate auch nicht, erhält aber durch Zusatz von Alkohol die Eigenschaft, Zelluloseacetate in der Wärme zu lösen, besonders chloroformlösliche Acetate, die nur teilweise in Aceton löslich sind, während die in Aceton leicht löslichen Acetate sich in dem Gemisch bereits bei gewöhnlicher Temperatur lösen.

Die Lösungen dienen zur Herstellung von Filmen, Firnissen der verschiedensten Art, von Kunstseide usw. Es werden z. B. 120 T. Zelluloseacetat (D.R.P. 159 524) mehrere Stunden mit einem Gemisch aus 150 T. Alkohol und 730 T. Dichloräthylen erhitzt und in Lösung gebracht. Dichloräthylen siedet niedriger als Acetylentetrachlorid und verdunstet daher leichter.

Auch folgendes Patent dürfte hier noch zu erwähnen sein, obgleich in ihm künstliche Seide nicht genannt ist.

711. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung gepreßter oder geformter Zelluloseverbindungen aus Zelluloseestern.

Brit. P. 13 464¹⁹¹⁰.

Pentachloräthan mit anderen Lösungsmitteln zusammen, wie Aceton, Chloroform und Alkohol, löst Acetylzellulose. Es werden z. B. 120 T. Acetylzellulose (brit. P. 21 628¹⁹⁰¹) in einem Gemisch aus 100 T. Pentachloräthan, 130 T. Alkohol und 650 T. Chloroform gelöst und filtriert.

712. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen b. Köln a. Rh. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Gebilden, wie Kunstseide usw., aus Zelluloseäthern.

D.R.P. 352 191 Kl. 29 b vom 16. I. 1919.

Fäden von gutem Glanz und hoher Festigkeit kann man durch Einspritzen der Lösungen von Zelluloseäthern in Salzlösungen erhalten. Man kann Fäden von der Feinheit der Naturseide erzeugen. Auch Gemische verschiedener Zelluloseäther können verarbeitet werden, ferner können weichmachende, griffverbessernde, färbende, beschwerende u. dgl. Zusätze gegeben werden. Diese Zusätze können natürlich nicht nur zu der Spinnlösung, sondern auch zu dem Fällbad gemacht werden. Als Lösungsmittel kommen hauptsächlich mit Wasser mischbare Flüssigkeiten in Frage, ebenso Gemische dieser Flüssigkeiten, sowohl unter sich als mit Wasser. Als fällende Salze können alle anorganischen und organischen gebraucht werden, die genügende Löslichkeit in Wasser für sich allein oder in Gemischen haben. In erster Linie werden praktisch möglichst konzentrierte Fällbäder verwendet, z. B. aus Kochsalz, Chlorkalzium, Chlorammonium, Ammoniumnitrat, Chlorzink usw. Die Spinn temperatur kann bis fast zum Siedepunkt der betreffenden Lösungsmittel der Zelluloseäther getrieben werden. Bei höherer Temperatur können die Lösungen konzentrierter genommen und höhere Spinn geschwindigkeiten erreicht werden. Es werden z. B. 10 Gwte. Zelluloseäthyläther in 40 Gwtn. denaturiertem Sprit gelöst und die Lösung sorgfältig filtriert. Sie wird dann aus einer Spinn düse von 0,1—0,2 mm Weite in 60—70° warme Chlorkalziumlösung vom spez. Gew. 1,3 bei 15° gespritzt und der entstehende Faden aufgespult. Während oder nach dem Spulen wird mit Wasser gewaschen. Weitere Beispiele beziehen sich auf das Fällen einer mit Brillantgrün gefärbten alkoholischen Äthylzelluloselösung mit geschmolzenem Chlorkalzium bei

70° und einer Acetonlösung mit Chlorzinklösung vom spez. Gew. 1,85 bei 40° C.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichen Gebilden, wie Kunstseide usw., aus Zelluloseäthern, dadurch gekennzeichnet, daß man als Fällbad Salzlösungen verwendet.

Das

713. D.R.P. 352 192 vom 4. II. 1919, Zus. z. D.R.P. 352 191

hat folgenden

Patentanspruch: Abänderung des durch das Hauptpatent geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß man hier an Stelle von Salzen im Fällbade Stoffe verwendet, die imstande sind, das Lösungsmittel des Zelluloseäthers aufzunehmen, selbst aber keine Lösungs- oder Quellungsmittel für die Zelluloseäther darstellen.

Als solche Stoffe sind genannt Rohrzucker, Harnstoffe und Glycerin.

714. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen b. Köln a. Rh.
Verfahren zur Verarbeitung von Spinnmassen auf künstliche
Seide nach dem Streckspinnverfahren.

D.R.P. 396 702 Kl. 29b vom 2. III. 1922; brit. P. 194 666; franz. P. 559 993; schweiz. P. 102 243; Ver. St. Amer. P. 1 517 627 (E. Hubert, Elberfeld).

Gemäß den das Streckspinnverfahren beschreibenden Patentschriften 154 507 und 157 157¹⁾ wird der Primärfaden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung durch zwei übereinandergelagerte Wasserschichten von verschiedener Temperatur hindurchgeführt, so daß die erste, langsamer fallende, 40—50° warme Schicht hauptsächlich die Streckung und die zweite, rascher fallende, 95—100° heiße Schicht die Fällung und die Erhärtung der Fäden erwirkt. Eine große Anzahl technisch wichtiger Spinnmassen läßt sich aber weder nach diesen Angaben und Ausführungsformen noch den späteren Weiterbildungen verarbeiten. Es sind dies insbesondere solche Spinnmassen, welche einerseits bei niedriger Temperatur keine solche Spinnfähigkeit haben, die es ermöglicht, dicke Primärfäden zu allerfeinsten Fäden auszuziehen, sondern erst bei höherer Temperatur die nötige Spinnfähigkeit erhalten, welche aber andererseits von Fällbädern der erforderlichen Temperatur zu milchigen, mürben und infolgedessen wertlosen Produkten ausgefällt werden. Man mußte deshalb bis jetzt darauf verzichten, aus solchen Spinnmassen Seide einer Feinheit von 1—3 Deniers des Einzelfadens herzustellen, und beschränkte sich, wenn es überhaupt gelang, sie zu verspinnen, auf Stärken von 20 Deniers und darüber oder verwendete Kapillardüsen von 0,1 mm Weite und darunter. In diese Gruppe von Spinnmassen gehört z. B. das große Gebiet der Zelluloseester und -äther.

Es wurde nun die Beobachtung gemacht, daß man solche Spinnmassen aus verhältnismäßig weiten Öffnungen nach dem Streckspinnverfahren zu Seide bis zur Feinheit des Kokonfadens verarbeiten kann, wenn man die Primärfäden durch zwei Schichten von Fällflüssigkeiten hindurchgeführt, von denen die erste höhere Temperatur als die zweite

¹⁾ Siehe S. 191 u. 193.

hat. Das Wesen der Erfindung beruht also darauf, daß man entgegen den bisherigen Grundsätzen des Streckspinnens arbeitet und erst die Flüssigkeit von höherer Temperatur und dann die von niedriger Temperatur auf die Fadengebilde einwirken läßt. Nach der Thieleschen Ausdrucksweise benutzt man also erst das „rasch fallende“ und dann das „langsam fallende“ Mittel. Nur diese Umkehrung ermöglicht die Herstellung feinsten Seide aus solchen Spinnmassen. Temperatur, Höhe und Art der beiden Fällschichten hängen von dem Charakter der Spinnmasse ab; die Temperatur der ersten Schicht muß so hoch bemessen werden, daß ein bruchloses Ausziehen zu der gewünschten Feinheit möglich ist und dabei ihre Höhe so kurz, daß in ihr hauptsächlich die Streckung neben geringer Fällung der Fäden erfolgt, so daß die feinen Fäden in halbfester Form in die zweite Schicht eintreten, wo sie bei niedrigerer Temperatur und durch längere Fällschicht allmählich erhärten.

Die Vorrichtungen zum Verspinnen sind die bekanntesten. Ist man durch den Unterschied in der Schwere zwischen Spinnmassen und Fällflüssigkeit genötigt, nach oben zu spinnen, so gibt man der unteren die höhere Temperatur und das geringere spezifische Gewicht. Die Herstellung und Erhaltung der Temperatur der ersten „Streckschicht“ erfolgt durch eine Heizschlange oder langsame Zufuhr frischer Flüssigkeit der erforderlichen Temperatur. Die zweite „Fällschicht“ führt man vorteilhafterweise fortlaufend zu und gibt ihr eine Bewegung im Sinne der Abzugsrichtung der Fäden. An den bekannten Vorrichtungen zum Streckspinnen können nötigenfalls kleine Verbesserungen angebracht werden, um das Getrenntbleiben der beiden Schichten zu erleichtern und um Wirbelbildungen an der Berührungsfläche zu vermeiden.

Beispiel: Eine 20–25%ige Lösung von acetonlöslichem Zelluloseacetat in trockenen Pyridinbasen, die gut filtriert und homogenisiert ist, wird der Düse eines Spinnapparates zugeführt, wie er z. B. in der britischen Patentschrift 14 655¹⁹⁰⁷¹) beschrieben ist. Die Düse möge aus Glas bestehen und 50 Bohrungen zu je 0,6 mm Weite haben. Nach Füllung des Apparates mit kaltem Wasser schiebt man durch die obere Wasserzuführung langsam heißes Wasser von 60° (30–50 ccm in der Minute) in dem Maße, daß von der Düse aus nach unten gerechnet sich eine Schicht von 3–5 cm Höhe bildet, die eine Temperatur von 45 bis 55° hat. Durch die untere Zuführung sendet man Wasser von 10 bis 15°. Bei einer Länge des Trichters und Trichterrohres von 25–30 cm genügen 300–500 ccm Wasser in der Minute für eine Spinnengeschwindigkeit von 40 m. Wenn die ersten Fadenanfänge in den Trichter einlaufen, werden die Fäden in der Heißwasserzone nur durch ihre eigene Schwere und dann durch den noch hinzutretenden Zug des fließenden Wassers im Trichterrohr und der Aufwicklungsvorrichtung aufs feinste ausgereckt, treten in halbfestem, klebrigen Zustand in die Kaltwasserzone ein; hier werden sie so weit gefestigt, daß man sie vom Ende des Trichterrohres im Winkel abziehen und zur Aufwickelvorrichtung führen kann, wo sie glänzend auflaufen. Die Spule oder der Haspel kann in Wasser, verdünnter Säure oder in der Luft laufen, um die Restmengen

¹) Siehe S. 201.

Pyridin, welche die Fäden noch enthalten, zu entfernen. Nach dem Trocknen ist die Seide sofort gebrauchsfertig zur Weiterverarbeitung und hat eine Feinheit von 2–3 Deniers für den Einzelfaden. Bei größerer Stärke tritt leicht ein opaler Glanz auf, der sich jedoch beim Trocknen wieder verliert. Der geringe Unterschied im spezifischen Gewicht zwischen heißem und kaltem Wasser genügt bei diesem Beispiel schon, um nach wenigen Minuten eine deutliche Trennungslinie zwischen den beiden Flüssigkeitsschichten hervortreten zu lassen. Die Spinnbarkeit der Lösung von Zelluloseacetat in Pyridin läßt sich durch Zugabe von kleinen Mengen geeigneter Stoffe noch erhöhen, so z. B. macht eine Zugabe von 10–30% Acetylentetrachlorid, auf Acetat bezogen, die Lösung spezifisch schwerer und leichter spinnbar; der Einzelfaden löst sich leichter von der Düse ab und läßt sich noch feiner ausrecken. Das neue Verfahren ist in seiner Anwendbarkeit nicht auf die charakterisierten Spinnmassen beschränkt. Auch solche, die z. B. nach dem Thieleschen Verfahren verspinnbar sind, lassen sich danach mit Vorteil verarbeiten, wie Viskose und Kupferoxydammoniakzellulose.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Verarbeitung von Spinnmassen auf Kunstseide nach dem Streckspinnverfahren unter Verwendung von zwei übereinandergelagerten Flüssigkeiten von verschiedener Temperatur und verschiedenem spezifischen Gewicht zum Ausfällen, dadurch gekennzeichnet, daß in der ersten wärmeren Flüssigkeit hauptsächlich das Ausstrecken zu feinsten Fäden und in der zweiten kälteren vornehmlich das Ausfällen und Erhärten vor sich geht.

2. Ausführungsweise gemäß Anspruch 1, darin bestehend, daß man der Spinnmasse Stoffe zusetzt, die die Spinnbarkeit erleichtern.

715. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseacetat.

Brit. P. 219 333 vom 18. VII. 1924 (Prior. 20. VII. 1923); schweiz. P. 110 723; franz. P. 583 439.

Zelluloseacetatseide nach dem Streckspinnverfahren herzustellen wird dadurch ermöglicht, daß man der Spinnlösung einen Stoff zusetzt, der langsamer vom Spinnbad aufgenommen wird als das Hauptlösungsmittel. Spinnt man z. B. eine Acetonlösung in ein Kalziumchloridbad, so setzt man der Spinnlösung eine geringe Menge Benzol-Alkohol, Chlorbenzol, Benzylacetat, Pyridin, Chloralkohol oder Anilin zu. Bei Essigsäurelösung und einem Bade aus Natriumacetat verwendet man als Zusätze Chloralkohol oder Acetylentetrachlorid. Das Spinnen wird so geleitet, daß nur ein Teil des Lösungsmittels in dem Bade aufgenommen wird; der Rest verdampft beim Durchgehen der Fäden durch die Luft. Unter den angegebenen Bedingungen werden mit Spinnöffnungen von 0,6 mm Fäden von 3 Deniers erhalten.

716. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosekarboxylaten.

Brit. P. 233 342 vom 28. IV. 1925 (Prior. 29. IV. 1924).

Beim Spinnen künstlicher Seide aus z. B. Zelluloseacetatlösungen in einem Fällbad aus Salzlösung wird Brechen der Fäden vermieden oder

zurückgedrängt, wenn dem Bade ein Lösungs- oder Quellungsmittel für das Zelluloseacetat usw. zugesetzt wird. Geeignet hierfür sind Aceton, ein Alkohol, Acetonalkohol, Formaldehyd oder Formaldehyd-aceton; ein geeignetes Fällbad ist Chlorkalziumlösung.

717. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen b. Köln a. Rh.

Vorrichtung zum Streckspinnen.

D.R.P. 417 988 Kl. 29a vom 15. V. 1924.

Durch die Patentschrift 396 702¹⁾ ist ein Verfahren zur Verarbeitung von Spinnmassen auf künstliche Seide, z. B. für Acetatseide, nach dem Streckspinnverfahren bekannt, bei dem die dicken Primärfäden nach dem Verlassen der Spinnöse zunächst eine kurze ruhende oder fast ruhende Flüssigkeitsschicht von hoher Temperatur und niedrigem spezifischen Gewicht, z. B. heißes Wasser von 45–65°, durchlaufen und in dieser zu feinsten Fäden ausgezogen werden, worauf sie von einem raschen Strome einer zweiten Fällflüssigkeit von niedriger Temperatur und höherem spezifischen Gewicht, z. B. kaltem Wasser von 5–15°, gefaßt, hierin gehärtet und gleichzeitig durch einen Trichter hindurchgespült werden.

Es hat sich nun gezeigt, daß es vorteilhaft ist, die von dem kalten Wasserstrom erfaßten Fäden durch ein Rohr oder Trichterrohr von gleichbleibendem Durchmesser von etwa 5–8 mm lichter Weite fortzuführen. Auf diese Weise wird erreicht, daß die Strömungsgeschwindigkeit der kalten Flüssigkeit, des eigentlichen

Fällbades, sofort unterhalb der Trennungsschicht ihr Höchstmaß erlangt; denn in der Kaltwasserzone kann und darf keine Streckung mehr erfolgen, da sie leicht zu Fadenbrüchen führen würde. Ferner gelingt es, die bereits fein ausgezogenen Fäden dem notwendigen schroffen Temperaturabfall auszusetzen, sie gewissermaßen abzuschrecken, so daß sie ihre Streckbarkeit verlieren und die wertvollen Eigenschaften des Glanzes und der Festigkeit bewahren.

Um das Auffangen der Fäden im Rohr zu Beginn des Spinnens zu erleichtern, kann man an das obere Rohr noch einen kurzen niedrigen Trichter ansetzen, etwa von der Form der im Laboratorium üblichen Trichter mit einem Winkel von 30–60° oder einen fast flachen Teller mit einem Winkel von beinahe 180°.

Die Fig. 255, 256 und 257 veranschaulichen drei Ausführungsformen der Erfindung. Es bezeichnet hierin *a* einen Glaszylinder, *b* den Düsenkopf mit aufgesetzter Düsenbrause, *c* das eingesetzte Rohr, *d* den kurzen Trichter und *e*¹ und *e*² die Zuführungsrohre für die Spinn- oder Fällflüssigkeiten.

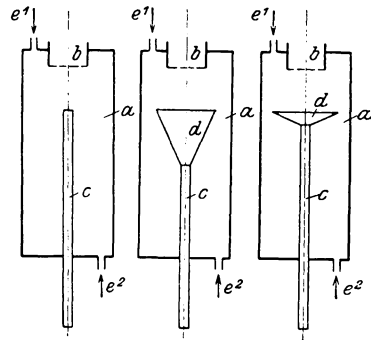


Fig. 255. Fig. 256. Fig. 257.

¹⁾ Siehe S. 598.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Verarbeiten von Spinnmassen auf künstliche Seide nach dem Streckspinnverfahren mittels einer freihängenden Flüssigkeitsäule, gekennzeichnet durch ein in einem beiderseits geschlossenen Zylinder (*a*) unten durchgeführtes enges Rohr (*c*) von gleichbleibendem Durchmesser.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an den oberen Teil des Rohres (*c*) ein kurzer Trichter (*d*) angesetzt ist.

718. Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co., Leverkusen. Apparat zur Herstellung künstlicher Fäden.

Brit. P. 235 850 vom 12. V. 1925 (Prior. 18. VI. 1924).

Um die Bildung von Luftblasen in den Spinnbädern zu verhindern, werden die Teile des Apparats, die mit den Spinnbädern in Berührung kommen, so behandelt, daß sich an ihnen nirgends Stellen finden, an denen sich Luftblasen bilden können. Das geschieht durch Auskochen mit Wasser, bis der Apparat luftfrei ist und durch Aufrechterhalten dieses Zustands, bis der Apparat mit der Fällflüssigkeit gefüllt ist. Luftzutritt zu den Spinnköpfen führt zu Fadenbruch.

Nach Balthasar und Viola.

719. J. Balthasar und A. Viola, Jersey City. Apparat zur Herstellung von Fäden.

Brit. P. 235 852 vom 14. V. 1925 (Prior. 21. VI. 1924).

Ein Schild *d* (Fig. 258) ist an dem Rohr *c* oder dem Trichter befestigt, durch welchen die Fäden beim Streckspinnen künstlicher Seide gehen. Das Schild verhindert Wirbel in der Fällflüssigkeit, die aus dem Einlaßrohr *f*² zufließt und über das Rohrende läuft, außerdem sammelt es Luftblasen, die durch die Flüssigkeit aufsteigen. Durch eine Öffnung *e* wird durch das Schild abgefangene Luft durch die Fällflüssigkeit, die durch das Rohr geht, weggeführt. Unterhalb einer Kappe *g* befindet sich der Einlaß *f*². Der Apparat kann in Verbindung mit dem Spinnverfahren der britischen Patentschrift 194 666¹⁾ benutzt werden; die 2 Fällflüssigkeiten werden durch das in der Nähe der Spinnbrause *b* liegende Rohr *f*¹ und durch das am Boden des Apparats liegende Rohr *f*² zugeführt.

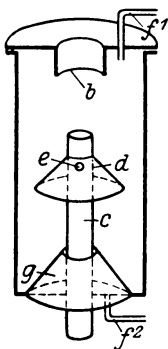


Fig. 258.

Nach Knoll & Co.

720. Knoll & Co., Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Herstellung haltbarer Zellosederivate und deren Lösungen.

D.R.P. 196 730 Kl. 29b vom 11. IV. 1906 (gelöscht).

Bei den bekannten Verfahren zur Herstellung solcher organischer Säurederivate der Zellulose, bei denen Schwefelsäure, Phosphorsäure oder Sulfosäuren als Kontaktstoffe angewandt werden, erhält man

¹⁾ Siehe S. 598.

Lösungen von kürzerer Haltbarkeitsdauer, die beim unmittelbaren Verspinnen oder Eindunsten, mit oder ohne Zusatz von Kampfer und seinen Ersatzmitteln, brüchige oder rasch brüchig werdende Massen liefern. Zur Vermeidung dieser Übelstände wurde bisher der entstandene Zelloloseester sofort nach seiner Bildung aus der Lösung abgeschieden und nach sorgfältigem Waschen mit Wasser von neuem in einem geeigneten Lösungsmittel aufgelöst. Da aber, wie durch die Untersuchungen von Cross, Bevan & Briggs (Ber. d. deutsch. chem. Ges. 38, 3531) erwiesen ist, die als Kontaktmittel angewandte Säure z. T. in Esterform in die Zellulose eintritt und infolgedessen durch Auswaschen nicht zu entfernen ist, so sind die nach den erwähnten Verfahren insbesondere mit mehrbasischen Säuren hergestellten Produkte, wenn sie nur mit Wasser gewaschen werden, nach längeren Zeiten der Selbstzersetzung ausgesetzt.

Es wurde nun gefunden, daß man auch unter Umgehung der langwierigen und kostspieligen Umlösung Zelluloselösungen erhalten kann, die monatelang in viskosem Zustande haltbar sind und sich unmittelbar zu brauchbaren Fäden verspinnen und zu haltbaren geschmeidigen Häuten eindunsten lassen, wenn man sofort nach der Auflösung der Zellulose in den viskosen Lösungen die als Kontaktstoffe angewandte Säure durch geeignete Basen oder deren Salze mit schwachen Säuren abstumpft. Versuche, dasselbe Ziel durch Waschen der fertigen Fäden oder Häute mit Lösungen geeigneter Basen oder ihrer Salze mit schwachen Säuren oder durch Verspinnen der Zelluloselösungen in solche Basen- oder Salzlösungen zu erreichen, zeigen schon eine wesentliche Besserung der Eigenschaften der erhaltenen Produkte in dem genannten Sinne, besitzen aber nicht die Vorzüge des zuerst angegebenen Weges.

Beispiel: In eine in bekannter Weise mittels Schwefelsäure (z. B. durch Lösen von 1 T. Zellulose in 4 T. Essigsäureanhydrid und 4 T. Eisessig durch Einwirkung von 0,1 T. Schwefelsäure bei Zimmertemperatur nach dem Verfahren der Patentschrift 159 524) hergestellte Lösung von Acetylzellulose wird, solange sie sich noch in einem gleichmäßig dickflüssigen Zustande befindet, die zur Abstumpfung der Schwefelsäure erforderliche Menge fein gepulverten Natriumacetats, beispielsweise 0,2 T., u. U. in wenig Eisessig gelöst, in kleinen Anteilen unter gutem Rühren eingetragen. An Stelle des Natriumacetates kann auch die entsprechende Menge Ammoniak, Ammoniumacetat oder eine beliebige andere Base oder eines ihrer Salze mit schwachen Säuren benutzt werden. Die Lösung wird gegebenenfalls filtriert und kann ohne Waschung und Umlösung der Acetylzellulose unmittelbar auf Fäden, Filme und Zelluloidmassen verarbeitet werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung haltbarer Zellulose-derivate und deren Lösungen, dadurch gekennzeichnet, daß organische Säureester der Zellulose, welche mittels Kontaktstoffe mit schädlicher Säurenachwirkung bereitet wurden, gleich nach dem Bildungs- oder Auflösungsprozeß oder gleich nach der Verarbeitung primär erhaltener Lösungen zu Fäden oder Häuten mit geeigneten Basen oder deren Salzen mit schwachen Säuren behandelt werden.

721. Knoll & Co., Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Herstellung haltbarer Zellulosederivate und deren Lösungen.

D.R.P. 201 910 Kl. 29b vom 19. II. 1907 (gelöscht), Zus. z. P. 196 730.

In Patent 196 730 (s. vorstehend) ist gezeigt, daß man die schädliche Nachwirkung der Schwefelsäure und anderer bei der Herstellung von Acetylzellulose verwandter Kontaktstoffe mit schädlicher Säurenachwirkung dadurch beseitigen kann, daß man dem Acetylierungsgemisch gleich nach Beendigung der Acetylierung starke Basen oder deren Salze mit schwachen Säuren zufügt.

Es hat sich nun gezeigt, daß auch Nitrate geeignet sind, die erwähnte Wirkung hervorzurufen, und daß die hierbei freiwerdende Salpetersäure nicht allein keinen schädlichen Einfluß auf die Haltbarkeit der Lösungen und die Elastizität der daraus erhältlichen Produkte ausübt, sondern sogar infolge ihrer bleichenden Wirkung das Aussehen dieser Produkte verbessert und ihren Wert erhöht. Diese Tatsache erklärt sich dadurch, daß zunächst ein beträchtlicher Teil der an sich in sehr geringer Menge vorhandenen Salpetersäure durch Oxydation der im Acetylierungsgemisch enthaltenen Verunreinigungen beseitigt wird, wobei eine vorteilhafte Klärung der ganzen Masse eintritt. Der etwa noch vorhandene Rest der Säure wirkt aber außerdem nitrierend auf die Acetylzellulose ein (vgl. Haeußer mann, Chem.-Ztg. 1905, S. 667) und wird so unschädlich gemacht. Die auf diese Weise gewonnenen Lösungen bleiben monatelang unverändert und eignen sich gut zur unmittelbaren Verarbeitung auf Fäden, Filme, Zelluloidmassen u. dgl.

Beispiel: In eine in bekannter Weise durch Lösen von 1 T. Zellulose in 4 T. Essigsäureanhydrid, 4 T. Eisessig und 0,1 T. Schwefelsäure bei Zimmertemperatur nach dem Verfahren der Patentschrift 159 524 hergestellte Lösung von Acetylzellulose wird, solange sie sich noch in einem gleichmäßig dickflüssigen Zustande befindet, die zur Abstumpfung der Schwefelsäure erforderliche Menge, z. B. 0,2 T. fein gepulvertes Ammoniumnitrat, in kleinen Teilmengen unter gutem Umrühren und u. U. gelindem Erwärmen eingetragen. Die Lösung wird nötigenfalls filtriert und kann dann ohne Waschen und Umlösen der Acetylzellulose unmittelbar auf Fäden, Filme und Zelluloidmassen verarbeitet werden.

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des durch das Patent 196 730 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß zur Beseitigung der schädlichen Säurenachwirkung Salze der Salpetersäure angewandt werden.

722. Knoll & Co., Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Behandlung geformter Acetylzellulose zum Zwecke der Erhöhung der Elastizität und der Aufnahmefähigkeit für Farbstoffe.

D.R.P. 234 028 Kl. 29b vom 21. II. 1908 (gelöscht); brit. P. 7743¹⁹⁰⁹; Ver. St. Amer. P. 981 574 (Knoevenagel).

Das Patent 199 559 schützt das Verfahren, Acetylzellulose und daraus hergestellte Gegenstände, wie z. B. Kunstfäden, in wässrigen Lösungen leicht und satt dadurch zu färben, daß die Acetylzellulose

mit organischen Stoffen und insbesondere mit deren Lösungen in Wasser vorbehandelt und dann nach dem Abpressen oder Waschen mit Wasser in wässrigeren Lösungen in bekannter Weise gefärbt wird.

Es wurde nun gefunden, daß durch Behandlung geformter Acetylzellulose mit Lösungen anorganischer Säuren eine ähnliche Oberflächenveränderung wie durch Gemenge organischer Stoffe und deren Lösungen in Wasser hervorgerufen wird, die sich durch besonders starke Quellung zu erkennen gibt. Mit dieser Quellung geht eine besonders starke Erhöhung des Absorptionsvermögens für Farbstoffe beim Färben nach bekannten Verfahren Hand in Hand. Auch wird in gleicher Weise das Aufnahmevermögen für Amine und Phenole erhöht, die dann auf der Faser nach bekannten Verfahren in Farbstoffe übergeführt werden können, oder die selbst schon Farbstoffe sind und auf der Faser nach bekannten Verfahren vertieft werden können. Zugleich wird durch diese Behandlung der Acetylzellulose mit Lösungen anorganischer Säuren die Elastizität der Acetylzellulose ganz wesentlich erhöht, obwohl keine nennenswerte hydrolytische Spaltung bei so behandelter Acetylzellulose nachzuweisen ist. Die Eigenschaft der Acetylzellulose, leicht und satt angefärbt zu werden, bleibt nach dieser Behandlung mit Lösungen anorganischer Säuren selbst dann vollständig erhalten, wenn die Lösungen anorganischer Säuren durch Auswaschen, z. B. mit Wasser, völlig wieder entfernt werden. Die erhöhte Färbbarkeit geht aber wieder verloren, wenn man die so behandelte Acetylzellulose aufdrocknen läßt, ein Zeichen, daß es sich bei den mit Lösungen anorganischer Säuren behandelten Produkten um Acetylzellulose und nicht um Verseifungsprodukte der Acetylzellulose handelt. Die erhöhte Elastizität bleibt aber selbst nach dem Aufdrocknen vollständig erhalten.

Beispielsweise läßt man Fäden oder Filme aus Acetylzellulose in konz. wässriger Salzsäure oder einer anderen ähnlich wirkenden Säure von passender Konzentration etwa fünf Minuten quellen. Wird die Acetylzellulose alsdann mit Wasser gewaschen, so hat sie auch nach dem Aufdrocknen vorzügliche Elastizitätseigenschaften und kann nach dem Waschen, bevor sie aufgetrocknet ist, mit Farbstoffen besonders leicht und satt in wässrigeren Lösungen gefärbt werden. Zum Beispiel wird Methylenblau so reichlich absorbiert, daß nahezu schwarze Farbtöne erzielt werden, was nach dem Verfahren gemäß Patent 199 559 nicht in demselben Maße erreicht wird. Auch Amine und Phenole, z. B. Anilin und β -Naphthol, werden nach solcher Quellung von Acetylzellulose viel leichter und reichlicher, z. B. aus verdünnten wässrigen Lösungen, aufgenommen, als das nach dem Verfahren des Patentes 198 008 der Fall ist, so daß auch hier gegenüber dem Patent 198 008 durch die Behandlung der Acetylzellulose mit wässrigen anorganischen Säuren nach im übrigen bekannten Verfahren sattere Farbtöne auf der Faser erzeugt werden können.

Patentanspruch: Verfahren zur Behandlung geformter Acetylzellulose zum Zwecke der Erhöhung der Elastizität und der Aufnahmefähigkeit für Farbstoffe, darin bestehend, daß geformte Acetylzellulose mit Lösungen anorganischer Säuren behandelt wird.

723. Knoll & Co., Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Herstellung nicht brüchig werdender geformter Massen, Filme, Tülle u. dgl. aus Acetylzellulose.

D.R.P. 255 704 Kl. 39b vom 13. IX. 1911 (gelöscht).

Das Verfahren ergibt sich mit hinreichender Deutlichkeit aus den Patentansprüchen: 1. Verfahren zur Herstellung nicht brüchig werdender geformter Massen, Filme, Tülle u. dgl. aus Acetylzellulose, dadurch gekennzeichnet, daß den Lösungen aus Acetylzellulose kurz vor der Verarbeitung auf die geformten Gegenstände mit oder ohne Beimischung von Füllstoffen, wie Kollodiumwolle, Salze zugesetzt werden, deren Menge 15% der in Lösung befindlichen Acetylzellulose übersteigt.

2. Ausführungsform nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die nach dem dort angegebenen Verfahren hergestellten Produkte lange Zeit hindurch mäßiger Temperatur zwecks langsamer Verdunstung der Essigsäure ausgesetzt und erst dann mit Wasser oder anderen Auswaschbädern in Berührung gebracht werden.

724. Knoll & Co., Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Herstellung von Gebilden aus Acidylzellulosen.

D.R.P. 274 260 Kl. 29b vom 18. VII. 1912 (gelöscht).

Lösungen von Acidylzellulosen in mit Wasser mischbaren Lösungsmitteln werden zur Herstellung von Fäden, Häuten, Überzügen, Tüllen usw. nach dem vorliegenden Verfahren mit Fällbädern aus konzentrierten wässrigen Salzlösungen behandelt. Zu Fällbädern sind bei Acidylzellulosen für die genannten Zwecke bisher Wasser oder mit Lösungsmitteln für Acidylzellulosen mischbare organische Flüssigkeiten benutzt worden, in denen die Acidylzellulosen unlöslich sind.

Es wurde gefunden, daß die mit starken Salzlösungen gefällten Gebilde besonders gleichmäßig koagulieren und leicht auswaschbar sind sowie starken Glanz, große Klarheit, hohe Elastizität und außerordentliche Festigkeit besitzen und sich ihrer Gleichmäßigkeit halber gut färben lassen, während beim Ausfällen in reines Wasser, wie solches nach der Patentschrift 237 599¹⁾ bekannt ist, nur ein viel weniger festes und klares Fadengebilde zu erzielen ist. Die Benutzung von Salzen zur besseren Ausfällung der Acidylzelluloselösung ist zwar aus der französischen Patentschrift 426 436²⁾ bekannt, doch werden dort die Salze zu den Lösungen der Acidylzellulose zugesetzt, und es können, wie es dort heißt, auch der Koagulationsflüssigkeit Salze zugesetzt werden. Es wird jedoch in diesen Salzlösungen nicht annähernd der Effekt erzielt, den man durch die direkte Verwendung von fast gesättigten Salzlösungen erreicht. Erst bei sehr hoher Konzentration der Lösung tritt, und das ist das Wesen der vorliegenden Erfindung, eine gleichmäßige, durch den Faden hindurchgehende Koagulation auf, was nicht zu erwarten und auch bisher nicht bekannt war.

Das Verfahren kann insbesondere mit den in direktem Acidylierungsverfahren von Zellulosen gewonnenen primären Eisessig- oder Ameisen-

1) Siehe S. 593. — 2) Siehe S. 617.

säurelösungen ausgeführt werden. Dazu geeignete Lösungen können aber auch durch Auflösen fertiger Acidylzellulosen in den genannten oder anderen geeigneten Lösungsmitteln hergestellt sein. Die Konzentration der fallenden Salzbäder und ihre Temperatur können in gewissen Grenzen abgeändert werden.

Um Fäden herzustellen, preßt man beispielsweise eine primäre Acetylzelluloselösung, die im wesentlichen Eisessig als Lösungsmittel enthält, in ein Fällbad, das für die Wiedergewinnung der Essigsäure vorteilhaft aus konzentrierter wässriger Natriumacetatlösung besteht. Nach dem Durchlaufen des Bades können die Fäden direkt aufgehaspelt und ausgewaschen werden. Auch kann das Füllen, Auswaschen und Trocknen des Fadens in einem Gange hintereinander vorgenommen werden, so daß gleich der fertige, trockene Faden aufgehaspelt wird. An Stelle des Natriumacetats können konzentrierte Lösungen anderer Acetate, wie Kalziumacetat, Ammoniumacetat usw., oder auch geeignete Salze anderer Säuren verwandt werden. Arbeitet man mit Lösungen von Acidylzellulosen in Ameisensäure, so bedient man sich zum Zwecke der Wiedernutzbarmachung der Ameisensäure mit Vorteil der Formiat-salzlösungen als Fällbäder.

Das Verfahren hat den besonderen Vorteil, daß beim Verarbeiten von beispielsweise Essigsäure- oder Ameisensäurelösungen der Acetylzellulose die Säuren unter Vermeidung einer wesentlichen Verdünnung, durch einfache Zugabe von geeigneten Salzen oder Basen zu den gebrauchten Fällflüssigkeiten, als essig- oder ameisen-saure Salze wiedergewonnen werden können.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Gebilden aus Acidylzellulosen, dadurch gekennzeichnet, daß Lösungen von Acidylzellulosen durch konzentrierte Lösungen von Salzen gefällt werden.

725. Knoll & Co., Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zum Erzielen haltbarer weißer Färbung an aus primärer Acetylzelluloselösung ausgefällten Gebilden.

D.R.P. 276 013 Kl. 29b vom 14. XI. 1912 (gelöscht).

Es ist noch nicht gelungen, brauchbare Gebilde aus primärer essig-saurer Acetylzelluloselösung in haltbarer weißer Färbung herzustellen. Es wurde nun gefunden, daß man dieses Ziel dadurch erreichen kann, daß man der primären Acetylzelluloselösung geeignete aromatische Säuren, Säureester, Äther oder deren Gemenge zusetzt, die weder Lösungsmittel für Acetylzellulose sind, noch auf primäre Acetylzelluloselösung zersetzend einwirken, diese Mischung kurze Zeit erwärmt, bis sie völlig klar ist, und die daraus in bekannter Weise durch Fällung mit Wasser, wässrigen Salzlösungen oder anderen Fällungsmitteln hergestellten Gebilde, z. B. Fäden, Folien, Flaschenkappen usw., auswäscht. Beim Auswaschen nimmt die Acetylzellulose eine gleichmäßige und dauernde, auch nach dem Auftrocknen haltbare Weißfärbung an. Werden den Lösungen Farbstoffe zugesetzt oder die ausgefällten weißen Gebilde in gequollenem Zustande mit Farbbädern behandelt, so erzielt man undurchsichtige, farbige Gebilde. Durch Zusatz geeigneter Mittel

zum Geschmeidigmachen läßt sich die Elastizität der Acetylzellulosegebilde beliebig beeinflussen.

Man verfährt z. B. in folgender Weise, die aber abgeändert werden kann: Primäre Acetylzelluloselösung, z. B. bereitet nach dem Verfahren der Patentschrift 203 178 Kl. 12 o, wird mit 3–10% benzoesaurem β -Naphthol (Benzonaphthol), 1–5% weinsaurem Äthyl und 0,5–5% Ölsäure versetzt und unter häufigem Umrühren $\frac{1}{4}$ – $\frac{1}{2}$ Stunde mäßig erwärmt, bis die Mischung völlig klar ist. Aus dieser Mischung stellt man dann die gewünschten Gebilde usw. her, die in bekannter Weise entsäuert werden und dabei die Weißfärbung annehmen.

Gleiche Ergebnisse erhält man, wenn an Stelle von Benzonaphthol aromatische Säuren, Säureester, Äther oder deren Gemenge, z. B. Benzoesäureäthyl-, -methyl- oder -propylester, Phthalsäure, Anisol oder Benzylchlorid usw. in etwa gleichen Mengen zugesetzt werden. Statt die betreffenden Säuren, Ester oder Äther der fertigen primären Acetylierungslösung zuzusetzen, kann man sie auch dem Acetylierungsgemisch einverleiben und sie den Acetylierungsprozeß mit durchmachen lassen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Erzielen haltbarer weißer Färbung an aus primärer Acetylzelluloselösung ausgefallten Gebilden, dadurch gekennzeichnet, daß man der primären Acetylzelluloselösung vor der Verarbeitung auf diese Gebilde geeignete aromatische Säuren, Ester oder Äther zusetzt.

2. Abänderung des Anspruchs 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die aromatischen Säuren, Ester oder Äther vor der Acetylierung der Zellulose dem Acetylierungsgemisch zusetzt.

3. Herstellung von undurchsichtigen, farbigen Gebilden durch Verwendung von Farbstoffen bei den unter 1 und 2 gekennzeichneten Verfahren.

726. Knoll & Co., Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zum Unlöslichmachen von Acetylzellulosen in Essigsäure, Chloroform und anderen Lösungsmitteln.

Österr. P. 64 085.

Es wurde gefunden, daß die nach bekannten Acetylierungsverfahren unter Anwendung der verschiedensten Katalysatoren, wie Schwefelsäure, Neutralsalze, Bisulfate, organische Sulfosäuren, Sulfinsäuren usw., zunächst gebildeten, in Essigsäure, Chloroform, Aceton usw. löslichen Acetylzellulosen bei längerer Berührung mit diesen Katalysatoren je nach der Art und Anwendungsweise des Katalysators und nach Menge und Temperaturen mehr oder weniger rasch in Acetylzellulosen verwandelt werden, welche sich durch Unlöslichkeit in Chloroform und Essigsäure auszeichnen. Es können fertige feste Acetylzellulosen, z. B. Fäden, Filme u. dgl. mit Benzol, wenig Sulfoessigsäure und einem Lösungsmittel für Sulfoessigsäure, z. B. Essigsäureanhydrid oder Essigsäure, übergossen und so lange damit in Berührung gelassen werden, bis entnommene Proben die gewünschte Unlöslichkeit zeigen. Die Überführung in die unlösliche Form kommt hier einer Härtung gleich, welche die Gebilde für Lösungsmittel und auch für chemische Prozesse weniger angreifbar macht.

727. Knoll & Co., Chemische Fabrik, Ludwigshafen a. Rh. Verfahren zur Herstellung von Acetylzellulosefäden.

D.R.P. 286 173 Kl. 29b vom 10. X. 1912 (gelöscht).

Bei der kontinuierlichen Herstellung von Kunstseidefäden aus Acetylzellulose, besonders solcher aus ihren primären Lösungen, verfährt man meist in der Weise, daß man das aus der Fällflüssigkeit austretende Fadenbündel nach genügender Auswaschung über eine Trockenwalze oder Rinne laufen läßt und direkt aufhaspelt. Der so erhaltene Faden läßt sich zwecks weiterer Verzerrung jedoch äußerst schwer von der Aufwickelspule abarbeiten, da die getrockneten Acetylzellulosefäden stark elektrisch sind und sich daher beim Abzwirnen ballonartig auseinanderspreizen, wodurch sie zu stetem Fadenbruche Veranlassung geben. Durch einfaches Benetzen der Walze ist diesem Übelstande jedoch nicht beizukommen, und auch ein nochmaliges Befeuchten des von der Trockenwalze oder Rinne kommenden Fadens genügt schon deshalb nicht, weil der aufgetrocknete Faden schwer genetzt wird. Außerdem würden bei den Fäden stets die inneren Schichten auf der Spule oder dem Haspel eine größere Feuchtigkeit aufweisen als die äußeren Schichten, wodurch zu Unterschieden in der Zwirnung, infolge des verschiedenen Gewichts der Fäden, Veranlassung gegeben würde.

Es wurde nun gefunden, daß dieser Übelstand sich beseitigen läßt, wenn man die Fäden nach dem Auswaschen, vor oder nach der Trocknung, durch ein Seifenbad oder ein Bad von wasserlöslichem Öl laufen läßt, wobei natürlich im ersteren Falle die Konzentration der Bäder weit geringer zu sein braucht als im letzteren Falle.

Durch Anwendung dieser Bäder werden die einzelnen Fäden lose zusammengeklebt, und der Gesamtfaden läßt sich bei der Zwirnung glatt von der Walze oder dem Haspel abheben. Die Verwendung von Seifen- oder Ölbädern in der Textilindustrie ist bekannt, doch ist die Anwendung solcher Bäder zu dem vorliegenden besonderen Zwecke des Unwirksammachens der Elektrizität der Fäden neu, käme auch nur bei Fäden aus Nitrozellulose, solange solche noch aus Nitrozellulose bestehen, in Frage. Diese Fäden können jedoch wegen ihrer Feuergefährlichkeit nicht in einem Gange aufgehaspelt und getrocknet werden, wie es bei der Acetylzellulose möglich ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Acetylzellulosefäden, dadurch gekennzeichnet, daß die in einem Gange ausgefällten, gewaschenen, getrockneten und aufgehaspelten Fäden, vor oder nach Passieren der Trockenwalze oder Rinne, durch ein Bad von Seife oder wasserlöslichem Öl geführt werden.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

728. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verbessertes Verfahren zur Verwendung der Abfälle der Kunstseideherstellung aus allen Arten von Zellulose.

Brit. P. 15 700¹⁹¹⁰; franz. P. 420 856; österr. P. 49 177; D.R.P. 233 589 Kl. 12o vom 21. XII. 1909 (gelöscht).

Es wurde gefunden, daß die Zellulosehydrate, die bei der Herstellung denitrierter Zellulosefäden, Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösung und aus Viskose als Abfälle sich ergeben und in großen Mengen

und zu billigen Preisen zu haben sind, sich zur Herstellung von Formylzellulose gut eignen. Man braucht sie nur in Ameisensäure von 95—100% einzutragen und leicht zu erwärmen, um direkt auf die einfachste und billigste Weise eine Lösung von Formylzellulose zu erhalten, die direkt zur Herstellung von Fäden, Filmen usw. dienen kann. Es ist wesentlich, bei welcher Temperatur die Lösung hergestellt wird. Sie tritt ein bei gewöhnlicher Temperatur und wird beschleunigt durch Erhitzen auf 40—50° C. Bei noch höherer Temperatur tritt sie noch schneller ein, doch sind die Lösungen dünn, wahrscheinlich infolge weiterer Hydrolyse der Zellulosehydrate und Bildung höher hydratisierter Zelluloseformiate. Zweckmäßig werden 6%ige Lösungen bei etwa 25° C hergestellt; aus der klaren Lösung wird die überschüssige Ameisensäure bei mäßiger Wärme unter Benutzung des Vakuums abdestilliert, bis die gewünschte Konsistenz erreicht ist. Bei diesem Verfahren können Farbstoffe oder Stoffe, die die Biegsamkeit, Plastizität usw. erhöhen, zugesetzt werden.

Der Anspruch des D.R.P. lautet:

Verfahren zur Darstellung von Formylzellulosen, dadurch gekennzeichnet, daß man der Einwirkung konzentrierter Ameisensäure solche Zellulosehydrate unterwirft, die bei der Kunstseidefabrikation als Nebenprodukte abfallen.

Vgl. hierzu auch das österr. Zusatzpatent 60 447 und Nr. 849, S. 684.

Über die Herstellung von Zelluloseformiatgemischen vgl. noch D.R.P. 219 162 und 219 163 Kl. 12o vom 20. XII. 1907 (gelöscht) der Nitritfabrik Akt.-Ges. in Cöpenick b. Berlin.

Nach Dreyfus und Schneeberger.

729. H. Dreyfus und L. Schneeberger. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 413 787.

Das Patent betrifft die Weiterverarbeitung der nach dem französischen Patent 413 671 durch Einwirkung von Chloriden oder Anhydriden von Fettsäuren auf Zellulose, Oxyzellulose, Hydrozellulose usw. in Gegenwart von Bleikammerkristallen erhältlichen Zellulosederivate in der Weise, daß man die nach dem genannten Patent erhaltenen viskosen Lösungen oder saure oder neutrale Lösungen der genannten Zellulosederivate durch geeignete kapillare Öffnungen in die Luft oder in heiße Räume oder in Fällflüssigkeiten, wie Wasser oder Petroleumdestillate, austreten läßt.

Nach Dreyfus.

730. Dr. H. Dreyfus, Basel. Verfahren zur Herstellung von künstlicher Seide u. a. m.

Brit. P. 20 979¹⁹¹¹.

In der britischen Patentschrift 20 977¹⁹¹¹ ist die Herstellung von Zelluloseacetaten beschrieben, von denen einige vor anderen dadurch ausgezeichnet sind, daß sie in verdünntem Alkohol löslich sind und beim Abkühlen glasartig durchsichtige Massen ergeben. Diese Produkte sind sehr geeignet zur Herstellung der oben genannten Stoffe. Es

werden z. B. 100 T. in Alkohol-Benzol und ebenso in verdünntem Alkohol löslicher Acetylzellulose in 500 T. Alkohol von etwa 75% gelöst, und die Lösung wird mit $\frac{1}{2}$ —3% Rizinusöl oder anderen Zusätzen versetzt. Durch Austretenlassen der Lösungen durch kapillare Öffnungen oder Öffnungen von beliebiger Form können künstliche Seide, künstliches Roßhaar, Bänder usw. erzeugt werden. Durch Zusatz von Füllmitteln oder Farbstoffen können die verschiedensten Effekte erzielt werden.

731. H. Dreyfus, London. Verfahren zur Herstellung von Lösungen, Filmen, künstlichen Fäden usw. aus Zelluloseacetat.

Brit. P. 154 334 vom 26. VIII. 1919.

Man mischt Zelluloseacetat mit hochsiedenden Lösungs- oder Plastizierungsmitteln, wie Benzolmonomethylsulfonamid oder seinen Homologen, und niedrigsiedenden Stoffen, wie Triphenylphosphat, Mono-, Di- oder Trimethylharnstoff, und setzt u. U. Farbstoffe und Füllmittel zu.

Nach dem

732. franz. P. 498 726 vom 28. IV. 1919 (Prior. England 29. IV. 1918)

desselben Erfinders werden gemischte Xylolmonomethylsulfonamide, Xyloldimethylsulfonamide oder Xylolmonoäthylsulfonamide verwendet.

Nach dem

733. franz. P. 21 381 vom 29. V. 1920, Zus. z. franz. P. 498 726 (Prior. England 29. IV. 1918)

werden Mischungen von Toluolmonomethyl- oder -äthylsulfonamiden mit oder ohne Triarylphosphate oder flüssige aliphatische Harnstoffderivate verwendet.

Vgl. auch noch franz. P. 521 370 vom 29. VII. 1920 (Sulfonamidgemische).

Nach dem

734. franz. P. 501 700 vom 2. II. 1920 (Prior. Engl. 24. VII. 1918)

desselben Erfinders werden zur Herstellung von Lösungen von Zelluloseacetat Acetylaceton oder Äthylidenaceton verwendet, die durch ihren hohen Siedepunkt (137 und 122° C) besonders vorteilhaft sein sollen.

735. H. Dreyfus, London. Herstellung von Artikeln aus Zelluloseäthern.

Brit. P. 174 660 vom 4. VIII. 1920; franz. P. 537 650.

Filme, Fäden usw. werden aus Zelluloseäthern durch Pressen, Formen, Durchdrücken usw. der geschmolzenen Äther hergestellt. Die Temperatur der zu bildenden Masse beträgt mindestens 100°. Die Äther werden zunächst geschmolzen oder werden durch erhitzte Mundstücke usw. gepreßt. Nitrozellulose, Acetylzellulose usw. kann zugemischt werden, ebenso plastisch machende Mittel, Füll- oder Farbstoffe. Auch geringe Mengen flüchtiger Lösungsmittel können zugesetzt werden.

736. H. Dreyfus, London. Verbesserungen in der Herstellung künstlicher Seide u. dgl. aus Zellosederivaten.

Brit. P. 182 166 vom 21. III. 1921.

Bei der Herstellung künstlicher Seide aus Lösungen von Zelluloseacetat, -nitrat oder anderen Zelluloseestern oder -äthern nach dem Trockenspinnverfahren werden Mischungen eines oder mehrerer Lösungsmittel von niedrigem Siedepunkt mit einem oder mehreren Lösungsmitteln von hohem Siedepunkt verwendet. Die Fäden werden während des Spinnens ausgezogen, das hochsiedende Lösungsmittel verzögert das Festwerden des Fadens und erleichtert das Ausziehen. Tetrachloräthan oder andere giftige Chlorderivate werden nicht verwendet. Geeignete hochsiedende Lösungsmittel sind Acetonalkohol, Acetylaceton, Diacetonalkohol, Zyklobutanon; diese Mittel werden in Mengen nicht über 50–100% des Estergewichts verbraucht. Aceton und Methylacetat sind geeignete niedrig siedende Lösungsmittel; Methylacetat kann ganz oder teilweise durch organische Verdünnungsmittel ähnlicher Flüchtigkeit ersetzt werden.

Eine geeignete Spinnlösung besteht z. B. aus 100 Gwt. Zelluloseacetat, 400 Gwt. flüchtigen Lösungsmittels, z. B. Aceton, und 25–50 Gwt. höher siedenden Lösungsmittels, z. B. Acetonalkohol, Acetylaceton, Diacetonalkohol.

737. H. Dreyfus, London. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden, Filmen usw. aus Zelluloseacetat.

Brit. P. 184 671 vom 20. VII. 1921.

Als Lösungsmittel für das Zelluloseacetat benutzt man Zyklobutanon oder seine Homologen, wie Dimethyl- oder Diäthylzyklobutanon.

738. H. Dreyfus. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseäthern und -estern.

Brit. P. 209 125 vom 6. VII. 1922; franz. P. 567 346.

Die für das Trockenspinnen künstlicher Fäden verwendeten Lösungen von Zelluloseacetat oder anderen organischen Zelluloseestern oder Zelluloseäthern enthalten sehr niedrig siedende organische Lösungsmittel oder Flüssigkeiten, wie Formaldehyd, Acetaldehyd, Methyl- oder Äthylformiat. Infolge der Verwendung solcher Lösungsmittel kann bei niedrigerer Temperatur versponnen werden, und man erhält eine gleichmäßigere Verdampfung des Lösungsmittels. Die Spinnlösung kann höher siedende Lösungsmittel oder Flüssigkeiten, wie Aceton oder Methylacetat, enthalten; es kann ihr auch eine geringe Menge Wasser zugesetzt werden.

739. H. Dreyfus. Verbesserungen bei der Herstellung oder Behandlung künstlicher Seide, von Filmen oder analogen Produkten.

Franz. P. 567 348 vom 12. VI. 1923 (Prior. Engl. 27. VII. 1922).

Zur Herstellung der Kunstseide dienen Gemische von Lösungen eines oder mehrerer in Wasser unlöslicher Zelluloseäther und eines oder

mehrerer Zelluloseester, wie Nitrozellulose, Acetylzellulose usw., die nach dem Trocken- oder Naßspinnverfahren verarbeitet werden. Nachträglich wird ganz oder teilweise verseift oder denitriert. Man löst z. B. 100 Teile Zellulosemethyl-, -äthyl- oder -benzyläther, in z. B. Aceton oder Alkohol-Benzol gelöst, mit 1—5 Teilen Acetyl- oder Nitrozellulose zu einer Mischung, deren Gesamtgehalt an Zellulosederivaten 5—18% beträgt. Der nach dem Verseifen oder Denitrieren erhaltene Faden läßt sich leicht in üblicher Weise mit direkten oder anderen Farbstoffen färben.

740. H. Dreyfus. Verbesserungen bei der Herstellung oder Behandlung künstlicher Seide, von Filmen oder analogen Produkten.

Franz. P. 567 349 vom 12. VI. 1923 (Prior. Engl. 15. VII. 1922).

Zur Herstellung der Kunstseide dient eine Lösung, welche neben 1 T. Nitrozellulose 4—2 T. Acetylzellulose enthält. Die Fäden werden denitriert, so daß die Nitrozellulose vollständig in Zellulose übergeht, die Acetylzellulose aber im wesentlichen unangegriffen bleibt. Zur Denitrierung dienen verdünnte ammoniakalische Lösungen von Ammonium-, Natrium- oder Magnesiumsulphhydrat in Gegenwart eines Ammoniumsalzes. Die Fäden können mit allen Farbstoffen, die Baumwolle, Viskose- oder Nitroseide färben, leicht gefärbt werden.

741. H. Dreyfus. Verbesserungen bei der Herstellung künstlicher Seide, künstlichen Roßhaars und ähnlicher Produkte aus Zellulosederivaten.

Brit. P. 210 108 vom 11. VIII. und 6. X. 1922.

Bei der Herstellung künstlicher Seide usw. aus Zelluloseestern oder -äthern nach dem Trockenspinnverfahren werden höherprozentige Lösungen als früher, d. h. solche mit 25—30% und mehr an Zellulosederivat, verwendet. Den mittels solcher Lösungen hergestellten Erzeugnissen wird größere mechanische Festigkeit, runderer Querschnitt, geringere Neigung, durch Einwirkung heißen Wassers zu schrumpfen und wollig zu werden, nachgerühmt. Auch sollen die Fäden kein störendes Glitzern zeigen, was bei gefärbten Produkten leicht den Anschein ungleichmäßiger Färbung erzeugen soll. Als Lösungsmittel werden Chlorverbindungen nicht verwendet.

742. H. Dreyfus. Künstliche Seide usw.

Brit. P. 210 266 vom 11. I. 1923; Ver. St. Amer. P. 1 506 052 vom 26. VIII. 1924; franz. P. 574 947.

Das Schlichten der Kunstseide aus Zelluloseacetat wird mit der Herstellung der Fäden nach dem Trockenspinnverfahren verbunden, und zwar wird die Schlichte aufgebracht, wenn der aus mehreren Einzel-fäden zusammengesetzte Faden zu der Aufwickelvorrichtung geht. Die Fäden können vor dem Aufwinden gezwirnt werden, oder Zwirnen und Aufwinden kann gleichzeitig geschehen. Die Fäden können als Kette beim Weben oder Stricken verwendet werden oder als Schuß. Die Schlichte kann durch Überleiten über befeuchtete Walzen, Stäbe oder

Rinnen oder durch ein Bad aufgebracht werden oder durch Aufsprühen. Sie besteht aus Lösungen von Gelatine mit oder ohne Oliven- oder anderem Öl, von Albumin, Stärke, Dextrin, Gummen oder Harzen in Öl oder anderen Lösungsmitteln. Stoffe, die in Wasser oder einem flüchtigen Lösungsmittel löslich sind, werden vorzugsweise verwendet.

743. H. Dreyfus. Künstliche Seide, künstliches Roßhaar usw.

Brit. P. 217 287 vom 7. III. 1923, Zus. z. brit. P. 207 562; franz. P. 577 874.

Die Acetate des Hauptpatents (unter Verwendung von viel Essigsäure oder einem anderen Lösungsmittel in dem Reaktionsgemisch, z. B. dem 6 fachen des Zellulosegewichts, hergestellt) werden in Konzentrationen von weniger als 20%, vorzugsweise 10—5%, in den Spinnlösungen verwendet. Die mit solchen Lösungen erhaltenen Fäden haben runden Querschnitt, glitzern wenig, haben gute Deckkraft, hohe Festigkeit in trockenem und nassem Zustande und werden beim Erhitzen mit Wasser nicht wollig.

744. H. Dreyfus. Verbesserung in der Herstellung von Fäden oder Zwirnen.

Franz. P. 584 808 vom 20. VIII. 1924 (Prior. Engl. 19. IX. 1923).

Ein trocken gesponnener Faden aus Nitro- oder Acetylzellulose, einem anderen Zelluloseester oder -äther wird sofort nach seinem Austritt aus der Spinnvorrichtung mit einem Faden aus beliebigem anderen Stoff, Baumwolle, Leinen, Seide usw. in Glockenzwirnapparaten zusammengezwirnt. (2 Zeichnungen.)

Nach British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd. und Mitarbeitern.

745. British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd., London, und H. B. Roy, Spondon. Verbesserungen an Verfahren und Apparaten zur Herstellung künstlicher Fäden.

Brit. P. 165 519 vom 26. III. 1920.

Das Verspinnen von in einem flüchtigen Lösungsmittel, wie Aceton, Alkohol-Benzol, Äther-Alkohol usw., gelösten Zelluloseestern, wie Zelluloseacetat, -nitrat usw., erfolgt in einem hohen geschlossenen Behälter, der oben die Spindüsen trägt und unten durch eine Heizvorrichtung erwärmt wird. Die Fäden machen einen langen Weg durch den Behälter, werden aus ihm abgezogen und auf außerhalb liegende Spulen aufgewickelt. Die Bewegung der Zuführungspumpe für die Spinnlösung ist mit der der Aufwickelvorrichtung gekuppelt. (2 Zeichnungen.)

746. British Cellulose and Chemical Manufacturing Company Limited, London, Ch. W. Palmer und W. A. Dickie, Spondon. Verbesserungen bei der Herstellung künstlicher Fäden oder Filme.

Brit. P. 177 868 vom 4. I. 1921; Ver. St. Amer. P. 1 465 994.

Bisher war es nicht möglich, feste und elastische Fäden oder Filme aus Zelluloseacetaten herzustellen, weil die Acetatlösungen durch Wasser nicht als homogenes Gel gefällt werden, sondern in nichtkontinuierlicher,

körniger oder netzförmiger Struktur ohne Festigkeit und Elastizität. Es wurde gefunden, daß Alkali- oder Kalziumthiocyanat eine latente lösende Wirkung auf Zelluloseacetate haben, sie beeinflussen die Quellung und Koagulierung beim Koagulieren und erhalten die Kontinuität der Struktur, verhindern zu starkes Schrumpfen beim Austritt der organischen Lösungsmittel und damit diskontinuierliches Fällen. Man preßt z. B. eine 16%ige Lösung von Zelluloseacetat in Aceton in üblicher Weise durch Spinn Düsen in eine wäßrige Lösung von 115—120 g Ammoniumthiocyanat im Liter. Die gefällten Fäden werden durch das Bad unter einem Führer geleitet und kontinuierlich in bekannter Weise aufgewickelt. Das von den Fäden mitgeführte Thiocyanat wird ausgewaschen, und die gereinigten durchscheinenden Fäden werden getrocknet. Die Fäden haben eine beträchtliche Festigkeit; man kann sie in sehr feinen Titern, z. B. 1—2 Denier, herstellen. Den Spinnlösungen können plastisch machende Stoffe zugesetzt werden.

747. British Cellulose and Chemical Manufacturing Company Ltd., London, Ch. W. Palmer und W. A. Dickie, Spondon. Verbesserung in der Herstellung künstlicher Fäden, Filme usw.

Brit. P. 179 234 vom 4. I. 1921; Ver. St. Amer. P. 1 467 493.

Beim Naßspinnen von Lösungen aus Zelluloseacetat in Aceton oder anderen in Wasser löslichen oder mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmitteln, mit oder ohne Zusatz plastisch machender Stoffe oder anderer Körper nimmt man die Koagulierung in wäßrigen Bädern vor, die Aceton, Diacetonalkohol, Ameisensäure, Essigsäure, Chlorzink oder ein anderes Lösungsmittel oder latentes Lösungsmittel außer Thiocyanaten, das in Wasser löslich oder mit Wasser mischbar ist, enthalten. Man preßt z. B. eine 16%ige Lösung von Zelluloseacetat in Aceton in bekannter Weise durch kapillare Spinn Düsen in eine wäßrige Lösung, die z. B. etwa 10—50 T. Aceton oder 100 T. Alkohol oder 5 T. Diacetonalkohol oder Essigsäure auf 100 T. Wasser enthält. Die koagulierten Fadengebilde führt man unter einem Führer durch das Bad und windet sie kontinuierlich in bekannter Weise auf. Sie haben eine bemerkenswerte Festigkeit, und die kombinierte schwellende Wirkung des Quellungsmittels und des Wassers ist derart, daß die Acetatlösung zu sehr feinen Fäden ausgezogen werden kann auch bei Benutzung von Spinnöffnungen von verhältnismäßig weitem Durchmesser. Man kann Fäden von 1 bis 2 Denier erzielen.

748. British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd., London, Ch. W. Palmer und W. Whitehead, Spondon. Verbesserungen an Verfahren und Apparaten zur Herstellung künstlicher Seide und ähnlicher Fäden.

Brit. P. 198 023 vom 18. II. 1922 (H. Dreyfus); franz. P. 561 588; schweiz. P. 104 069 (dgl.).

Lösungen von Zelluloseacetaten oder anderen Zelluloseabkömmlingen, wie Zelluloseäthern, in flüchtigen Lösungsmitteln werden entsprechend dem Trockenspinnverfahren in einen Verdampfraum ausgepreßt und die gebildeten Fäden durch Kappenspindeln aufgewickelt und dabei

gezwirnt. Die Kappenspindeln laufen mit höherer Geschwindigkeit um, als die Fäden zugeführt werden; die Differenz dieser beiden Bewegungen bestimmt den Grad der Zwirnung. Zwischen dem Austritt der Fäden aus der Spinnzelle und der Kappenspindel ist eine Leitwalze o. dgl. angeordnet, die langsamer umläuft als die Kappenspindel, aber schneller, als die Fäden zugeführt werden; der Faden wird dadurch gestreckt. Geschmiert werden die Fäden durch Leiten über eine Rolle, die mit Öl oder einer anderen Flüssigkeit imprägniert ist, oder sie werden gedämpft durch Befeuchten der Luft des Verdampfraums oder Aufblasen befeuchteter Luft oder Überleiten über eine feuchte Rolle. Die Spinnöffnungen befinden sich im oberen Teile einer hohen Spinnzelle, durch die die Fäden nach unten gehen. Dabei werden sie einem Strome warmer Luft entgegengeführt. Die Kappenspindeln können innerhalb oder außerhalb der Spinnzelle angeordnet sein. (5 Zeichnungen.)

749. British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd., London, J. F. Briggs und W. Yorke, Spondon. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden.

Brit. P. 203 092 vom 15. VI. 1922; Ver. St. Amer. P. 1 541 104 vom 9. VI. 1925 (American Cellulose and Chemical Manufacturing Company Ltd., New York); franz. P. 566 385 (H. Dreyfus); schweiz. P. 106 749 (dgl.).

Beim Trockenspinnapparat wird jede Abteilung des Spinnstuhls mit einer Leitung zum Abführen der mit Lösungsmitteldämpfen beladenen Luft versehen, und jede solche Leitung enthält eine Anzeigevorrichtung für das Volumen der durchströmenden Luft und ein Absperrventil. Dadurch wird leichter die Gleichmäßigkeit der Arbeit der verschiedenen Abteilungen erzielt. Die Vorrichtung ist ähnlich der des brit. P. 165 519¹⁾; der aus der Spindüse austretende Faden geht im Bündel nach unten an einer Heizvorrichtung vorbei und tritt nach außen auf die Aufspulwalze. Oben an jeder Abteilung des Spinnstuhls befindet sich die Ableitung für die mit Lösungsmitteldämpfen beladene Luft, die zu einer gemeinsamen Leitung vereinigt werden. Jede einzelne Leitung kann durch ein Ventil abgesperrt werden und ist mit einem Barometerrohr zum Ablesen der durchstreichenden Luftmenge versehen. Die gemeinsame Leitung führt zu einem Exhaustor, in ihr ist ebenfalls ein Absperrventil und eine Vorrichtung zum Messen des durchgehenden Gases vorgesehen. Die in die Spinnvorrichtung eingeleitete Luft wird erst durch Abkühlen getrocknet und dann wieder erhitzt; beim Eintritt in den Spinnstuhl erfolgt abermaliges Erhitzen. (Zeichnungen.)

Nach Wohl.

750. A. Wohl. Herstellung von Lösungen von Zelluloseestern.

Franz. P. 425 900; brit. P. 3139¹⁹¹¹.

Als Lösungsmittel für Acetylzellulosen und andere Zelluloseester werden Ameisensäuremethyl- und -äthylester und Essigsäuremethylester vorgeschlagen, auch in Mischung mit Methyl- oder Äthylalkohol und

¹⁾ Siehe S. 614.

anderen Lösungsmitteln. Das D.R.P. 246 651 Kl. 29 b vom 13. III. 1910 (gelöscht) und das österr. P. 53 099 desselben Erfinders beziehen sich auf Ameisensäuremethylester.

Vgl. noch das Ver. St. Amer. P. 972 464 von H. S. Mork und der Chemical Products Comp., Boston.

Nach Chemische Fabrik von Heyden A.-G.

751. Chemische Fabrik von Heyden A.-G. Neues Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Fettsäureestern der Zellulose.

Franz. P. 426 436; brit. P. 3973¹⁹¹¹; schweiz. P. 55 344; österr. P. 54 574.

Eine rasche Koagulierung der aus Lösungen von Zellulosefettsäureestern gebildeten Fäden wird dadurch erzielt, daß den Lösungen bereits Fällungsmittel zugesetzt werden. Als solche Fällungsmittel sind verwendbar Wasser, wäßrige Lösungen von Basen und Salzen, Alkohole, verdünnte organische und anorganische Säuren, Kohlenwasserstoffe und ihre Halogenderivate u. a. m. Wird z. B. eine Lösung von Acidylzellulose in Essigsäure oder Ameisensäure verwendet, so versetzt man diese Lösung mit Wasser. Sind als Lösungsmittel Chloroform, Aceton u. dgl. benutzt, so setzt man z. B. Alkohol oder Tetrachlorkohlenstoff zu. Die besten Resultate gibt eine Acidylzellulose, die niedriger acidyliert ist, als einer Triacidylzellulose entspricht. So liefert die Acetylzellulose mit 55—59% Essigsäure bessere Fäden als die Triacetylzellulose mit 62% Essigsäure.

Nach Dammann.

752. E. Dammann, Berlin-Tempelhof. Verfahren zur Herstellung von Kunstseide, künstlichen Fäden oder Filmen aus primären Lösungen der Acetatzellulose.

D.R.P. 287 073 Kl. 29b vom 12. VI. 1913 (gelöscht); brit. P. 13 872¹⁹¹⁴; franz. P. 473 126.

Die Herstellung von Kunstseide aus Acetatzellulose auf nassem Wege geschah bisher dadurch, daß man primäre Acetatzelluloselösungen durch Kapillaren in Wasser spritzte; auf diese Weise konnten jedoch noch keine brauchbaren Fäden erzielt werden. Man hat ferner wäßrige Lösungen von Basen als Mittel vorgeschlagen, die Fällung und die Fadenbildung zu verbessern, indem man diese alkalischen Lösungen entweder der Zelluloseacetatlösung hinzufügte oder als Fällbad verwendete. Dabei legte man besonderen Wert darauf, nur solche Basen zu verwenden, die auf das Zelluloseacetat nicht verseifend einwirken. Man wollte also nur eine Neutralisation des Lösungsmittels herbeiführen¹⁾. Ein technischer Erfolg wurde auf diese Weise noch nicht erzielt.

Die vorliegende Erfindung geht von dem Gedanken aus, daß man nicht nur das Lösungsmittel beseitigen, sondern daß man zur Fadenbildung gerade die verseifende Wirkung der Laugen benutzen soll. Es hat sich nämlich herausgestellt, daß die Verseifung beim Spinnen nur

¹⁾ Franz. P. 426 436 (s. vorstehend).

an der Oberfläche der gebildeten Fäden einsetzt, daß sie jedoch nicht bis in das Innere der Fäden vordringt, denn die aufgewickelten Fäden zeigen noch stark saure Reaktion. Um eine nur oberflächlich verseifende Wirkung und somit klare Fäden aus Acetatzellulose zu erhalten, ist Natronlauge oder konzentrierte Natronlauge wegen ihres allzu starken basischen Charakters offenbar nicht geeignet. Wenn man aber die Lauge mit Kochsalz sättigt, so entstehen glänzende, seidenartige Fäden. Man nimmt z. B. eine Lösung mit 20% gewöhnlichem Salz und 5% Ätznatron. Sinngemäß kann man natürlich auch Laugen verwenden, die mit anderen Salzen gesättigt sind, z. B. Natronlaugen mit Natriumacetat, Ammoniak mit Ammoniumacetat und ähnliche Kombinationen von Salz und Laugen. Wesentlich ist dabei, daß man die Bäder so zusammensetzt, daß man neben die aussalzende Wirkung durch die Salze eine verseifende durch die Lauge setzt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstseide, künstlichen Fäden oder Filmen aus primären Lösungen der Acetatzellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man diese aus entsprechend geformten Öffnungen in ein Bad treten läßt, welches aus einer mit Salz gesättigten Natronlauge besteht.

Nach Vieweg.

753. W. Vieweg. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide aus Lösungen von Zelluloseacetat.

Franz. P. 474 163.

Zelluloseacetatfäden können rasch koaguliert werden durch Verwendung konzentrierter wäßriger Alkalilösungen, wie 25% iger Ammoniaklösung oder 20% iger Ätznatronlösung als Fällmittel. Das Zelluloseacetat wird nicht zerstört, man kann rascher spinnen. Die Fäden können durch Zusatz von Dextrose, Äthylalkohol, Glycerin, Aldehyden und besonders 10% Rohrzucker zu den Koagulierungsbädern glänzender und durchscheinender gemacht werden.

Nach Lilienfeld.

754. Dr. L. Lilienfeld, Wien. Verbesserte Herstellung künstlicher Fäden.

Brit. P. 6387¹⁹¹³; österr. P. 73 001; franz. P. 459 972.

Zelluloseäther, d. h. Zellulosederivate, in denen eine oder mehrere Hydroxylgruppen des Zellulosemoleküls durch Alkoholradikale ersetzt sind, werden für sich oder unter Zusatz von weich machenden Mitteln, Farbstoffen, Füllstoffen, organischen oder anorganischen Pigmenten auf Kunstfäden verarbeitet. Man löst die Äther z. B. in Benzol, Alkohol, Alkohol-Benzol od. dgl. mit oder ohne Zusatz anderer Zellulosederivate, wie Nitrozellulose, Acetylzellulose, Formylzellulose od. dgl., und mit oder ohne ein weich machendes Mittel, wie Öl, Fett, Phenolphosphorsäureester od. dgl., und bringt die Mischung durch Austretenlassen durch feine Öffnungen in Fäden.

Über den Zusatz geschwefelter Körper zu Acetylzellulosespinnmassen vgl. franz. P. 438 448, S. 475.

755. Dr. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von plastischen Massen, Fäden, Filmen u. dgl.

D.R.P. 357707 Kl. 39b vom 20. VII. 1920 (Prior. Österr. 1. VIII. 1919); franz. P. 521 000; brit. P. 149 319.

Verfahren zur Herstellung von plastischen und elastischen Massen, künstlichen Fäden und Gespinsten, künstlichem Haar, dadurch gekennzeichnet, daß man Gemische von Alkyl- oder Aralkylderivaten der Kohlenhydrate vom Typus $n(C_6H_{10}O_5)$, wie der Zellulose, der Stärke, des Dextrins u. dgl., ihrer Umwandlungsprodukte oder Abkömmlinge mit den durch Einwirkung von Acetylen auf die über 140° siedenden Kohlenwasserstoffe des Teeröls bei Gegenwart von Aluminiumchlorid erhältlichen hochsiedenden viskosen Ölen, gegebenenfalls mit den üblichen Zusatzstoffen, bei Ab- oder Anwesenheit von anderen weich oder plastisch machenden Mitteln, von Farbstoffen, Füllstoffen, organischen oder anorganischen Pigmenten u. dgl. verarbeitet.

756. L. Lilienfeld, Wien. Zelluloseäther, künstliche Seide u. a. m.

Brit. P. 181 392 vom 12. VI. 1922 (Prior. vom 13. VI. 1921).

Aus Zelluloseäthern, die in Wasser löslich sind oder in kaltem Wasser quellen, hergestellte Kunstseide wird dadurch wasserunlöslich oder unquellbar gemacht, daß man sie mit eiweißfallenden Stoffen, wie Tannin oder synthetischen Gerbstoffen, Trichloressigsäure, Phosphorwolframsäure, Alaunen oder Tonerdesulfat, behandelt. Das geschieht durch Eintauchen z. B. in Tanninlösung oder durch Zusetzen von z. B. alkoholischer Tanninlösung zu einer alkoholischen Lösung von Äthyl- oder Methylzellulose, aus der die Fäden gebildet werden.

757. L. Lilienfeld, Wien. Zelluloseäther, künstliche Seide usw.

Brit. P. 181 393 vom 12. VI. 1922 (Prior. vom 13. VI. 1921); österr. P. 96 996.

Zur Herstellung künstlicher Seide dienen Zellulosealkyläther, die in Wasser bei 16° unlöslich sind, sich aber in Wasser von niedrigerer Temperatur lösen oder darin quellen und deren Herstellung beschrieben ist.

Vgl. hierzu auch die brit. P. 181 394 und 181 395 vom 12. VI. 1922 (Prior. vom 13. VI. 1921) desselben.

758. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseestern.

Brit. P. 231 805 vom 30. V. 1924 (Prior. 4. IV.).

Die nach dem brit. P. 231 800 durch Einwirkung von Monohalogenfettsäuren auf Zellulosexanthogensäure oder -xanthogenate erhältlichen Zellulosexanthofettsäuren oder Salze davon werden in Wasser oder der wäßrigen Lösung einer flüchtigen anorganischen oder organischen Base gelöst, und die Lösung wird durch Spinnöffnungen ausgepreßt. Der erhaltene Faden wird an der Luft getrocknet, erhitzt oder gedämpft oder mit wäßriger Anilin- oder Toluidinlösung behandelt und schließlich getrocknet.

759. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseäthern.

Brit. P. 231 806 vom 30. V. 1924 (Prior. 4. IV.).

Zellulosethiourethane werden gemäß brit. P. 231 801 dadurch erhalten, daß man die Einwirkungsprodukte von Monohalogenfettsäuren auf Zellulosexanthogensäure oder -xanthogenate mit Ammoniakderivaten behandelt, in denen mindestens ein Wasserstoffatom durch ein Alkoholradikal ersetzt und mindestens ein ersetzbares Wasserstoffatom noch vorhanden ist. Diese Zellulosethiourethane werden in wäßrigem Alkali oder in Pyridin gelöst, und die Lösung wird nach dem Trockenspinnverfahren verarbeitet oder durch Säure oder Salzlösung gefällt.

760. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseestern und -äthern.

Brit. P. 231 802 vom 22. V. 1924 (Prior. 4. IV.).

Läßt man auf die Zellulosexanthofettsäuren des brit. P. 231 800 Ammoniak einwirken, so erhält man wasserunlösliche, aber in wäßrigen Alkalien lösliche Produkte, die in Fadenform durch Säuren, Salze oder dehydratisierende Stoffe abgeschieden werden können. Die Fäden sind fest, biegsam und durchscheinend.

761. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseäthern.

Brit. P. 231 808 vom 30. V. 1924 (Prior. 4. IV.).

Gemäß dem brit. P. 231 807 werden Oxyalkylzelluloseäther durch Einwirkung von Halohydrinen von Polyalkoholen, ihren Derivaten oder inneren Anhydriden auf Zellulose oder ein alkaliunlösliches Zelluloseumwandlungsprodukt erhalten. Lösungen dieser Äther in wäßrigem Alkali werden in Fällbädern aus Schwefel- oder Essigsäure, Chlorammonium, Tannin oder Formaldehyd in Fadenform gefällt; die Fäden werden gewaschen, getrocknet und mit Formaldehyd gehärtet.

762. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosederivaten.

Brit. P. 231 811 vom 30. V. 1924 (Prior. 4. IV.).

Die nach dem brit. P. 231 809 durch Behandlung von Zellulose oder einem alkaliunlöslichen Zellulosederivat mit Halogenfettsäure und Alkali in Gegenwart einer bestimmten Menge Alkohol oder in Abwesenheit von Alkohol erhaltenen Zelluloseoxyparaffinkarbonsäuren werden aus wäßriger Lösung in Fadenform gefällt, nötigenfalls getrocknet und mit den für Viskose oder Kupferoxydammoniakzellulose üblichen Fällungsmitteln fixiert. Den Spinnlösungen kann Viskose zugesetzt werden.

763. L. Lilienfeld, Wien. Verfahren zur Herstellung von Zelluloseäthern und Fäden daraus.

Brit. P. 231 810 vom 30. V. 1924 (Prior. 4. IV.).

In Wasser unlösliche, aber in wäßrigen Alkalien lösliche Zellulosederivate werden erhalten durch Behandlung von Zellulose oder einem

alkaliunlöslichen Zelluloseumwandlungsprodukt mit Monohalogenfett-säure, Ätzalkali und einem aliphatischen Alkohol. Durch Neutralisieren werden die neuen Körper abgeschieden; sie können u. a. zur Herstellung von Fäden dienen.

Nach Beatty.

764. W. A. Beatty, New York. Künstlicher Faden und andere Produkte.

Ver. St. Amer. P. 1 156 969.

Er wird hergestellt aus einem Gemisch von z. B. 25 T. Dioxydimethyldiphenylmethan und 25 T. Zelluloseacetat, die in vorzugsweise Aceton zu der geeigneten Konsistenz gelöst werden. Die Lösung wird durch die üblichen kapillaren Öffnungen in eine geeignete Flüssigkeit gepreßt, in der die Fäden nicht löslich sind, z. B. in Benzol. Die erhaltenen Fäden sind fest, transparent und biegsam, unlöslich in Wasser, sehr widerstandsfähig gegen Feuchtigkeit und nicht entzündlich, sie brennen nur, wenn man sie dauernd in die Flamme hält. Die Fäden können zu dickeren Fäden vereinigt werden, sie können aber auch bei genügender Stärke für sich verwendet werden.

Nach Badische Anilin- und Soda-Fabrik.

765. Badische Anilin- und Soda-Fabrik, Ludwigshafen a. Rh. Zelluloseacetatlösungen.

Brit. P. 145 511 vom 9. II. 1914.

Lösungen acetonlöslicher Acetylzellulosen, die u. a. zur Herstellung künstlicher Seide dienen können, werden durch Auflösen in einem voll hydrogenisierten monozyklischen Keton wie Zyklohexanon oder Methylzyklohexanon erhalten. Dem Keton kann ein Lösungs- oder Verdünnungsmittel, wie Alkohol, Aceton, Äthylacetat oder Benzol, zugesetzt werden.

Nach Zdanowich.

766. J. O. Zdanowich, London. Herstellung von Zelluloseacetaten.

Brit. P. 139 232 vom 8. IV. 1918.

Zelluloseacetat wird hergestellt in der Weise, daß man Chlor oder Brom oder sie entwickelnde Stoffe zu einer Mischung aus Zellulose, Essigsäure und Essigsäureanhydrid setzt. Es bildet sich Halogenessigsäure und wirkt nascierend als Kondensationsmittel. Ist die Einwirkung beendet (nach etwa 2 Stunden bei 70°), so wird die weitere Veresterung durch Zusatz einer starken Säure, wie Schwefelsäure oder Chlorsulfonsäure, bewirkt. Die Lösung wird direkt für Herstellung künstlicher Seide verwendet.

Nach Journ. Soc. Dy. Col. 1922, 204, liefert das nach dem angegebenen Verfahren hergestellte Acetat — reiner Zellulose-, nicht Hydrozellulose-ester — eine feste Seide, die auch in Gegenwart von Ätzalkalien waschbar ist.

767. J. O. Zdanowich. Zelluloseacetate, künstliche Seide, Haar, Filme usw.

Brit. P. 190 732 vom 20. VI. 1921.

Eine unmittelbar verspinnbare Zelluloseacetalösung wird erhalten, wenn man die Veresterung in 2 Stufen vornimmt, in der ersten ohne Kondensationsmittel, und dann nach Zusatz von nicht mehr als 4% eines starken Kondensationsmittels, vorzugsweise von 1% oder weniger, auf das Zellulosegewicht bezogen. Die erste Stufe wird vorteilhaft länger ausgedehnt, in offenem Gefäß oder unter Rückfluß unter gewöhnlichem oder erhöhtem Druck bei etwa 40–100° ausgeführt und die Hälfte des Veresterungsmittels, Essigsäureanhydrid oder Acetylchlorid, zugesetzt; der Rest wird vor der zweiten Stufe zugesetzt. Dabei kann ein Verdünnungsmittel wie Essig- oder Ameisensäure oder Äthylidendiacetat nach der ersten Stufe oder nach vollendeter Veresterung zugesetzt werden. Nach Beendigung der ersten Stufe ist die Zellulose vollkommen zerfallen; die Paste wird auf normale Temperatur oder tiefer abgekühlt und die nötige Menge Schwefel-, Phosphor- oder Chlorsulfonsäure oder eines anderen starken Kondensationsmittels zugesetzt und die Reaktion weitergeführt, bis eine klare farblose Lösung erhalten ist. Für die Herstellung von Kunstseide usw. wird die Lösung nach Entfernen der Luftblasen und nach Filtrieren in ein Fällbad eingespritzt.

768. J. O. Zdanowich. Verbesserungen bei der Herstellung von Zelluloseacetaten.

Brit. P. 196 641 vom 22. XI. 1921.

Unmittelbar, d. h. ohne Fäll- und Wiederauflösen verspinnbare Acetylzellulose (Acetose) wird dadurch hergestellt, daß Zellulose in Gegenwart nascierender Halogenessigsäuren mit dem 9fachen des Zellulosegewichts an Eisessig und dann mit einem starken Kondensationsmittel (Schwefelsäure) behandelt wird. Die nascierende Halogenessigsäure wird z. B. durch Einleiten von Chlor gebildet. Die erhaltene klare Lösung des Acetylprodukts wird durch geeignete Öffnungen in Wasser, dem Alkali- oder Erdalkalisalze oder andere anorganische oder organische Stoffe, die die Acetose koagulieren, zugesetzt sind, eingepreßt.

769. J. O. Zdanowich. Verfahren zur Herstellung von Fäden oder Filmen aus Zelluloseacetaten.

Brit. P. 200 186 vom 5. IV. 1922.

Bei der Acetylierung von Zellulose erhaltene, unmittelbar auf Kunstseide verspinnbare Lösungen werden beständig gegen Veränderungen ihrer Viskosität dadurch gemacht, daß man sie mit wässrigen Lösungen von Form- oder anderem Aldehyd oder mit Tetrachloräthan versetzt. Es werden z. B. 150 g Zellulose mit 900 ccm Eisessig und 420 ccm Essigsäureanhydrid gemischt, dann wird Chlor eingeleitet, bis die Zellulose zerfallen ist. Hierauf setzt man 0,75–1,5 g Schwefelsäure zu und acetyliert, bis Lösung erfolgt ist. Dann setzt man 100 ccm käufliche Formaldehydlösung zu. Die Fadenbildung erfolgt durch Austretenlassen in ein geeignetes Fällbad.

770. J. O. Zdanowich. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseacetat.

Brit. P. 203 599 vom 5. IV. 1922.

Es soll ein Acetylierungsgemisch versponnen werden, welches durch Acetylieren mit schwachem Kondensationsmittel in nicht nascierendem Zustande, z. B. Chloressigsäure, Alkylaminen, Anilinsalzen, Phosphor-trichlorid, Pyridin, Alkylsulfaten, Dimethylaminsulfat, Salzsäure usw., und weitere Acetylierung mit Schwefelsäure oder einem starken Kondensationsmittel erhalten wird. Das Verspinnen erfolgt durch Auspressen der Lösung in ein Fällbad.

771. J. O. Zdanowich. Verfahren zur Stabilisierung von viskosen, direkt verspinnbaren Gemischen von Acetylzellulose und Acetylierungsmitteln.

Brit. P. 227 134 vom 4. VII. 1923; schweiz. P. 113 144.

Direkt spinnbare Acetylierungsgemische werden hinsichtlich ihrer Viskosität haltbar gemacht durch Zusatz von Wasser oder anderen Flüssigkeiten oder gasförmigen wässerigen Stabilisatoren, z. B. Mischungen von Wasser und Methyl-, Äthyl- oder Amylalkohol, Ameisen- oder Milchsäure, Wasserstoffsperoxyd oder Glycerin. Direkt spinnbare Acetylierungslösungen sind solche, welche mit nicht mehr als 4% eines starken Kondensationsmittels, auf Zellulose bezogen, hergestellt sind; vgl. brit. P. 139 232, 190 732, 196 641 und 203 599¹⁾. Die stabilisierten Lösungen bleiben eine beträchtliche Zeit, einige Wochen, spinnbar, und das darin enthaltene Acetat ändert sich in seiner Löslichkeit nicht wesentlich.

Vgl. auch brit. P. 200 186, S. 622.

Nach Jellinek.**772. B. D. Jellinek, geb. Papp, Wien.** Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Filmen, Überzügen, Platten und plastischen Massen aus Zelluloseestern.

Österr. P. 80 625.

Es wurde gefunden, daß man zu Spinnlösungen gelangen kann, deren Konzentration sich leicht bis zu 20% und darüber steigern läßt, und welche sowohl ein Spinnen mit wässerigen oder schwach angesäuerten Fällbädern wie auch die Bildung einer das Zusammenkleben verhindernden Schutzschichte auf einfache und leichte Weise gestatten, wenn man als Lösungsmittel für die Zelluloseester, besonders Acetylzellulosen, Pyridinbasen benutzt. Dabei ist es durchaus nicht notwendig, chemisch reine Produkte zu verwenden, sondern man kann mit den Gemischen arbeiten, welche bei der Teerdestillation abfallen. Durch Digerieren des Zelluloseacetats mit Pyridinbasen erhält man klare dickflüssige Lösungen, welche beim Einpressen in reines oder angesäuertes Wasser das darin enthaltene Pyridin rasch abgeben und in einen Fadenkörper übergehen, dessen Oberfläche man leicht gegen das Verkleben mit

¹⁾ Siehe S. 621—623.

Nachbarfäden schützen kann, wenn man dem Wasser die Lösung von Salzen, die fällbare Basen enthalten, wie z. B. Tonerde, Magnesia, Zink, Blei, unter Umständen auch Eisen, Chrom, Kupfer, Mangan usw., zusetzt, so daß sich auf der Oberfläche des sich bildenden Fadens ein Häutchen von gefällttem Metalloxydhydrat niederschlägt, das später durch Absäuern leicht entfernt werden kann, wenn man es nicht für besondere Zwecke als Färbung oder Beize darauf lassen will. Das wertvolle Lösungsmittel reichert sich hierbei im Bade an und kann aus den gebildeten Pyridinsalzen wiedergewonnen werden. Es wird z. B. eine Lösung von 4 T. Acetylzellulose in 16 T. technischen Pyridins in ein Spinnbad gepreßt, welches aus einer 3–5° Bé. starken Lösung von basisch schwefelsaurer Tonerde, Zinkvitriol oder Magnesiumchlorid besteht, dann gespült und durch Absäuern von den abgeschiedenen Niederschlägen befreit.

Nach Pollack.

773. Dr. F. Pollack G. m. b. H., Berlin. Verfahren zur Herstellung von viskosen Lösungen bzw. plastischen Massen aus Acetylzellulose.

D.R.P. 375 640 Kl. 39b vom 21. X. 1919 (gelöscht), (Prior. Österr. 30. IV. 1919).

Lösungen von hoher Viskosität acetonlöslicher Acetylzellulose können in einfachster Weise erhalten werden, wenn man acetonlösliche Acetylzellulose mit Alkoholen bei Gegenwart von Formaldehyd behandelt. Es gelingt so mit verhältnismäßig sehr geringen Mengen der Lösungsmittel, die gewünschten plastischen Massen herzustellen. Es werden z. B. 50 T. acetonlösliche Acetylzellulose mit 300 T. Methylalkohol und 300 T. käuflicher 40%iger Formaldehydlösung gemengt und unter Erwärmen auf mäßige Temperatur solange gerührt, bis eine vollkommen dünnflüssige fadenziehende Lösung entstanden ist. Sie kann vorzüglich für die Herstellung von Fäden usw. verwendet werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von viskosen Lösungen bzw. plastischen Massen aus Acetylzellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man acetonlösliche Acetylzellulose mit Gemischen von Alkoholen und Formaldehyd bei mäßiger Wärme behandelt.

Nach Duclaux.

774. J. Duclaux, Paris. Künstliche Fäden, Filme usw.

Brit. P. 184 197; franz. P. 530 440 vom 1. II. 1921.

Um nicht trübewerdende Fäden, Filme usw. aus Nitro-, Acetyl-, Butyryl- und anderen Zelluloseestern zu erhalten, wird zu der Lösung des Esters in einem verhältnismäßig flüchtigen organischen Lösungsmittel eine geringe Menge eines nicht flüchtigen organischen, in Wasser löslichen Lösungsmittels gesetzt. Nach Formen des Fadens usw. durch Verdunstenlassen des flüchtigen Lösungsmittels wird das nicht flüchtige Lösungsmittel mit Wasser ausgewaschen. Als nicht flüchtige Lösungsmittel sind genannt Formamid, Acetamid, Chloral, Chloralhydrat, als flüchtige Methyl-, Äthyl-, Butyl-, Amylformiat oder -acetat zusammen mit Methyl- oder Äthylalkohol.

Nach Bouffe.

775. G. F. J. Bouffe, Derby. Künstliche Seide.

Brit. P. 160 859 vom 19. V. 1921.

Kunstseidefäden aus Lösungen von Zelluloseacetat oder einem anderen Zelluloseester in einem flüchtigen Lösungsmittel werden in vollkommen fertigem Zustand dadurch erzeugt, daß man die aus der Spinnöse austretenden Fäden durch Gase oder Dämpfe, wie Schwefeldioxyd, Kohlendioxyd oder Luft, gehen läßt, die erhitzt sein können, oder durch einen luftleer gemachten Raum und sie dann unmittelbar zu der Aufwickelvorrichtung oder Spule führt. In einer dargestellten Vorrichtung befindet sich die Spinnöse im oberen Teil; sie ist mit dem Filter verbunden, welches ausgeschwungen werden kann. Das Fadenbündel geht nach abwärts durch eine lange Röhre zu der Aufwickelvorrichtung im unteren Teil des die Vorrichtung umschließenden Gehäuses. Unterhalb der Aufwickelvorrichtung befindet sich eine elektrische Glühlampe, die einen Strom warmer Luft in der Vorrichtung aufsteigen läßt. Die Röhre, durch die das Fadenbündel geht, kann durch eine Heizschlange erwärmt werden. Die Spinnöse kann sich auch im unteren Teil der Vorrichtung befinden; die Fäden können auch wagrecht austreten, sie können vor dem Aufwickeln gestreckt oder gezwirnt werden.

Nach The Nitrogen Corporation.

776. The Nitrogen Corporation, Providence. Verbesserungen an Zelluloseesterlösungen.

Brit. P. 189 416; franz. P. 553 546 vom 1. VII. 1922 (Prior. Ver. St. Amer. 21. XI. 1921); Ver. St. Amer. P. 1 544 810 (J. C. Clancy).

Zelluloseacetate oder -nitrate werden in flüssigem Schwefeldioxyd, gegebenenfalls unter Überdruck, gelöst; die von Luftblasen befreite Lösung wird durch Austretenlassen aus feinen Öffnungen auf Fäden verarbeitet. Der mit flüssigem Schwefeldioxyd behandelte Ester kann auch mit einem Stoff, der den Ester an sich nicht löst, in Lösung gebracht werden, z. B. Tetrachlorkohlenstoff, Pentachloräthan, Dichloräthan, Amylacetat, Gasolin, Terpentin, Benzin, gechlorten Ölen, oder die Lösung des Esters in flüssigem Schwefeldioxyd kann mit derartigen Stoffen gemischt werden, worauf das Schwefeldioxyd entfernt wird.

Über Verwendung wasserfreien Ammoniaks zum Lösen von Zelluloseestern vgl. Ver. St. Amer. P. 1 544 809 derselben Firma (J. C. Clancy).

Nach Stevenson.

777. W. J. Stevenson, London. Herstellung künstlicher Seide aus Acetylzellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 478 926 vom 25. XII. 1923, angem. 13. III. 1923; franz. P. 574 626; brit. P. 198 392 vom 30. I. 1922; schweiz. P. 103 631.

Man löst Acetylzellulose in Aceton oder einem anderen geeigneten Lösungsmittel und läßt die filtrierte Lösung durch feine Öffnungen in ein Fallbad aus Natriumsulfat eintreten.

Nach Meigs.

778. C. C. Meigs, Bala, Pa. Künstliche Seide und Verfahren zu ihrer Herstellung.

Ver. St. Amer. P. 1 471 699 vom 23. X. 1923, angem. 15. V. 1922.

Man löst Zellulose und Zelluloseacetat in einer Lösung von Ammoniak und Kupferhydrat und verspinnt die Lösung.

Nach Société anonyme: Le Verre Souple (Brevets Millot).

779. Société anonyme: Le Verre Souple (Brevets Millot). Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Fäden aus Nitroacetylzellulose.

Franz. P. 529 175.

Die nach dem franz. P. 529 173 hergestellte Nitroacetylzellulose wird nach Verdünnen des Acetylierungsgemisches mit Ameisensäure oder, falls sie bereits isoliert ist, nach Lösen in einem geeigneten Lösungsmittel durch Wasser, Alkohol oder Benzol gefällt; der Faden geht ein Stück durch das Fällbad und wird auf eine Spule aufgewickelt. Weichmachende Stoffe können zugesetzt werden. Die Festigkeit des Fadens ändert sich mit der Konzentration der Spinnlösung und dem Druck, unter dem diese ausströmt. Fällt man eine Lösung der Nitroacetylzellulose in Benzol-Phenol durch Alkohol, so erhält man einen als Haarersatz geeigneten starren Faden. Als weichmachende Mittel werden Chlorbenzole und Triacetin angegeben, Triphenylphosphat macht unverbrennlich, dasselbe erreicht man durch längeres Behandeln mit Alkalisilikatlösung vor dem Trocknen.

Nach Levy.

780. A. Levy, Cricklewood, England. Herstellung künstlicher Fäden.

Ver. St. Amer. P. 1 516 194 vom 18. XI. 1924, angem. 10. IV. 1924; brit. P. 213 300 vom 26. X. 1922.

Eine Vorrichtung zum Trockenspinnen enthält einen Behälter für die Spinnlösung, eine Druckpumpe mit mehreren Druckzylindern, zwischen denen sich Ventile befinden, die in die Abflußleitung führen; ferner sind Mittel vorgesehen, den Druck von dem einen auf den anderen Zylinder zu verlegen und abwechselnd die Ventile zu öffnen und zu schließen. Der Behälter für die Spinnlösung ist mit der Pumpe verbunden, in der Verbindungsleitung sind Absperrventile vorgesehen. An die Abflußleitung ist unmittelbar der Spinnkopf angeschlossen, dadurch wird der erforderliche Druck auf die Lösung an einer Stelle ausgeübt, die unmittelbar dem Spinnkopf benachbart ist. (Zeichnungen.)

781. L. A. Levy, London. Herstellung von Zelluloseacetat und Kunstfäden.

Brit. P. 213 631 vom 3. XI. 1922.

Um die Abscheidung von unveränderten Fasern und von Fremdkörpern aus Zelluloseacetat für Kunstfäden zu erleichtern, unterwirft man das in der Acetylierungsmischung gelöste Acetat der Hydrolyse.

Dadurch setzt man die Viskosität der Lösung herab und filtriert dann. Die Viskosität der Lösung kann man weiter herabsetzen und die Filtration erleichtern dadurch, daß man eine beschränkte Menge Wasser unmittelbar vor der Filtration zusetzt.

782. L. A. Levy. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zelluloseacetat.

Brit. P. 217 003 vom 23. IV. 1923.

Es werden Zelluloseacetatlösungen mit 25–30% Acetat zum Spinnen verwendet. Die Verwendung so konzentrierter Lösungen führt zu festeren Fäden und einer Ersparnis an Lösungsmittel.

Vgl. brit. P. 210 108, S. 613.

783. L. A. Levy. Apparat zur Herstellung künstlicher Fäden.

Brit. P. 219 106 vom 23. IV. 1923.

Beim Trockenspinnverfahren werden die Fäden in dem Teil des Apparates, in welchem sie aus der Spinndüse austreten, nur teilweise getrocknet. Sie werden über eine Rolle aus diesem Teil des Apparats nach außen gezogen, gehen über eine geheizte Trommel unter Spannung und werden dann aufgewickelt. (Zeichnung.)

784. L. A. Levy. Zelluloseacetate und Verfahren zur Herstellung von Fäden daraus.

Brit. P. 226 309 vom 10. X. 1923.

Lösungen von Zelluloseacetaten, die zum direkten Spinnen geeignet sind, werden dadurch erhalten, daß man bei der Acetylierung statt Essigsäure ein Lösungsmittel von nicht höherem Siedepunkt als 60° benutzt, z. B. Äthylformiat oder Methylacetat. Ausgangsmaterial ist Zellulose oder Zellulose mit einem geringen Gehalt an lose gebundenem Wasser, wie man sie durch Zerkleinern erhält, oder ein teilweise hydrolysiertes Produkt, welches man erhält, wenn man Zellulose mit Eisessig, etwas Essigsäureanhydrid und einem Katalysator behandelt. Zur Vollendung der Acetylierung, zur Entfernung des Katalysators, des überschüssigen Anhydrids und der Essigsäure werden Fäll- oder Neutralisationsmittel zugesetzt. Eine gefärbte Lösung zur Erzeugung farbiger Fäden wird durch Zusatz eines Farbstoffs während der Acetylierung oder bei ihrer Vollendung erhalten.

785. L. A. Levy. Gefärbte Zelluloseacetate.

Brit. P. 227 146 vom 19. X. 1923.

Gefärbte Zelluloseacetatfäden werden erhalten durch Trockenspinnen einer Acetonlösung, zu der ein Farbstoff gesetzt ist.

Nach Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“.

786. Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“, Paris. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden.

D.R.P. 403 736 Kl. 29a vom 30. XII. 1923 (Prior. Frankr. 24. VIII. 1923); franz. P. 581 774; brit. P. 218 913; schweiz. P. 108 256.

Die Erfindung hat eine Verbesserung an den auf trockenem Wege von oben nach unten spinnenden Vorrichtungen zur Herstellung künst-

licher Fäden zum Gegenstande. Bei diesem Spinnverfahren wird die Spinnflüssigkeit, die im wesentlichen aus der Lösung eines Zellulosederivats in einem flüchtigen Lösungsmittel besteht, dem beliebigen Hilfsstoffe beigesetzt werden können, unter Druck durch eine Anzahl enger Öffnungen gepreßt. Jeder Einzelfaden, der aus einer dieser Öffnungen austritt, senkt sich infolge seines Gewichtes und festigt sich in dem Maße, wie das flüchtige Lösungsmittel verdampft. Um diese Verflüchtigung zu beschleunigen und andererseits das Lösungsmittel zurückgewinnen zu können, spinnst man gewöhnlich in einer geschlossenen Zelle, die dem Laufe der Fäden entgegen von einem erwärmten Gasstrom durchflossen wird. Die Höhe dieser Zelle wird so gewählt, daß die Fäden genügend fest am unteren Ende anlangen. Hier werden sie in einen einzigen Faden vereinigt, der durch eine geeignete Öffnung aus der Zelle austritt. Beim Spinnen geschieht es häufig, daß Fäden im Innern der Zelle brechen. Bei den bisherigen Vorrichtungen muß man in diesem Falle eine Tür in der Wandung der Zelle öffnen und die abgebrochenen Fäden mit den übrigen wieder vereinigen. Jedesmal, wenn die Spinnerei in Gang gesetzt wird, muß in ähnlicher Weise verfahren werden.

Es ist nun gefunden worden, daß die Vereinigung der herabhängenden Einzelfäden und das selbsttätige oder fast selbsttätige Spinnen des Fadens in folgender Weise bewerkstelligt werden kann. Unter der Spinnvorrichtung und in geeigneter Entfernung von ihr wird ein Trichter angebracht, dessen obere Öffnung genügend weit ist, um alle von den Spindüsen frei herabhängenden Einzelfäden aufzunehmen; an der Spitze des Trichters befindet sich die Öffnung, durch die der Faden austritt. Dieser Trichter, dessen Innenwände glatt oder poliert sind, kann den unteren Teil der Zelle bilden. Wenn nun ein Einzelfaden bricht, so sinkt er in die Tiefe, trifft auf die Wände des Trichters und gleitet an den Wänden, bis er die übrigen Fäden antrifft, mit denen er sich von neuem vereinigt. Beim Ingangsetzen der Spinnerei hat man nur einen einzigen Faden aus der Zelle herauszuführen. Wenn er nicht von selbst aus dem Trichterende austritt, so hilft man nach, indem man beispielsweise einen kleinen Haken durch die Austrittsöffnung einführt oder durch eine Tür, die in der Trichterwand, am besten die Austrittsöffnung selbst teilweise umfassend, angebracht ist. Die Austrittsöffnung besteht in diesem Falle am besten aus einem zweiteiligen Bronzeblock, dessen eine Hälfte mit der Tür verbunden ist.

Fig. 259 zeigt als Beispiel eine Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide aus Zelluloseacetat, in einem Gemisch von Alkohol und Aceton gelöst, und zwar nur eine Zelle mit nur einer Spinnvorrichtung im Schnitt. 1 ist die zylindrische und metallische Wand der Zelle, die aus den in geeigneter Weise verbundenen Teilen 1 a und 1 b zusammen gesetzt ist; das Ganze wird von einem nicht dargestellten Gerüst getragen. 2, 2 a sind die Doppelwände einer regelbaren Heißwasserströmung. Der Eintritt erfolgt durch die Röhren 3, 3, der Austritt durch die Röhren 4, 4. Die Wände sind nach außen durch Beläge 5, 5 isoliert; sie können in Reihen angeordnet oder unabhängig voneinander

sein. Die in verschiedener Höhe angebrachten Thermometer 6, 6 zeigen die Temperatur im Innern der Zelle. 7 ist eine Spinnvorrichtung mit mehreren Düsen 7a, die um die in der Dichtung 9 befestigte Achse drehbar ist. Die zu spinnende Lösung tritt durch 10 ein, nachdem sie durch Filter, Pumpen usw. gegangen ist. 11 stellt den konischen, aus Metall bestehenden Teil der Zelle, den Trichter, dar, auf dessen innerer polierter Oberfläche die Fäden in die Tiefe gleiten, wenn sie gerissen sind. 12 ist die Austrittsöffnung des Fadens; sie ist in ein zweiteiliges Bronzestück 13 gebohrt, das am Ende des Trichters angebracht ist. Zusammen mit einem der Bronzestücke 13 bewegt sich eine in dem konischen Teil angebrachte Tür. Die punktierten Linien 15, 15' stellen Einzelfäden dar, die nach ihrer Vereinigung den Faden 16 bilden, der durch die Vorrichtung 17 auf alle gewünschten weiteren Vorrichtungen geleitet wird. 18 ist eine unter der Öffnung 12 befindliche Rolle, die zum Aufrollen des Fadens 16 dient, falls dieser außerhalb der Zelle willkürlich oder durch Zufall abgebrochen wird. Die Luft, die durch den Ausgang 12 in die Zelle tritt, sättigt sich mit Dämpfen des flüchtigen Lösungsmittels und tritt im oberen Teil der Zelle bei 21 aus.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden nach dem Trockenspinnverfahren, bei dem die Fäden von oben nach unten laufen, dadurch gekennzeichnet, daß unter jeder Spinnvorrichtung (7, 7a), deren Fäden (15) vereinigt werden sollen, ein Trichter (11) mit glatten Innenwandungen angebracht ist, der an seiner Spitze (12, 13) die Austrittsöffnung für den gebildeten Faden trägt.

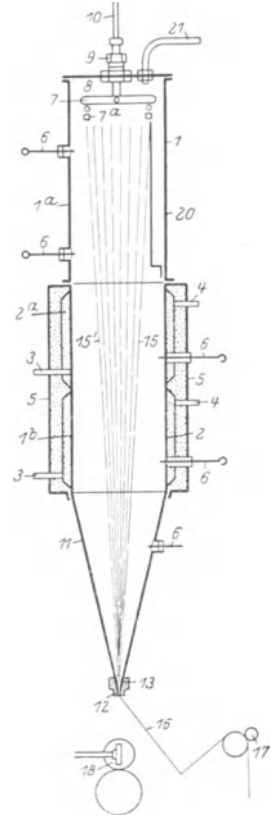


Fig. 259.

787. Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“, Paris. Vorrichtung zum Trockenspinnen künstlicher Fäden.

D.R.P. 410 723 Kl. 29a vom 13. I. 1924 (Prior. Frankr. 15. XII. 1923); brit. P. 233 384; franz. P. 587 184; schweiz. P. 108 043.

Die Erfindung bezieht sich auf Verbesserungen bei den Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Fäden nach dem Trockenspinnverfahren. Bei diesem Verfahren verwendet man gewöhnlich eine große Zahl von Zellen oder geschlossenen Kästen, von denen jeder nur eine geringe Anzahl von Fäden liefert. Es ist praktisch wichtig, daß die Fäden, die von jeder Zelle geliefert werden, von gleichmäßiger Beschaffenheit sind, und daß auch jede Zelle stets ein genau gleiches Erzeugnis liefert. Um dies zu erzielen, ist es nötig, daß alle Bedingungen, unter denen das

Spinnen erfolgt, in jeder Zelle konstant sind, und daß das Spinnverfahren in allen Zellen, die der gleichen Fabrikation zugeteilt sind, durchaus gleichförmig verläuft. Im besonderen ist es notwendig, daß jede Zelle von der gleichen Menge des zum Trocknen bestimmten Luft- oder Gasstromes durchflossen wird, und daß diese zum Trocknen bestimmte Atmosphäre für alle Zellen gleichmäßig erwärmt ist.

Die Erfindung bezieht sich im besonderen auf Einrichtungen, die dazu bestimmt sind, die Regelmäßigkeit der Heizung und des Gasstromes selbst für eine große Zahl von Zellen zu sichern. Bis jetzt ist die gesuchte Gleichmäßigkeit der Heizung und des Gasstromes durch Vorrichtungen in Form von Hähnen, Ventilen u. dgl. erhalten worden, die für jede Zelle im besonderen die Regelung gestatten. Diese Lösung ist jedoch unvollkommen und erfordert außerdem viel Überwachung und Arbeit.

Es ist gefunden worden, daß die Heizung in einfacher und vollkommener Weise wie folgt geregelt werden kann. Alle zu heizenden Zellen sind mit zwei Systemen von Heizkörpern (Schlangenrohr, Doppelwände usw.) versehen, die für jede Zelle und für alle Zellen einer Gruppe genau gleich sind. Die entsprechenden Elemente der verschiedenen Zellen sind so verbunden, daß man zwei Reihen von Heizkörpern erhält, von denen jede — aber im entgegengesetzten Sinne — von der Heizflüssigkeit (Dampf, heißes Wasser, heißes Öl usw.) durchflossen wird. Diese Heizflüssigkeit wird von einer einzigen, gleichmäßig erwärmten Quelle geliefert, oder, was auf das gleiche herausläuft, die warme Flüssigkeit durchläuft, am Ende der Reihe angekommen, im umgekehrten Sinne das zweite Heizsystem und kommt so in die Nähe des Ausgangspunktes zurück. Wenn nur eine Reihe von Heizkörper vorhanden wäre, so würden die der Heizquelle nahen Zellen viel mehr Wärme erhalten als die am anderen Ende der Reihe befindlichen Zellen. Durch das angegebene Doppelsystem wird dagegen dieser Unterschied sehr einfach ausgeglichen. Die theoretische Berechnung zeigt, daß dieser Ausgleich nicht absolut ist, daß man ihn aber so vollkommen gestalten kann, wie man will, wenn man nur jedes Heizelement so stark wählt, daß der Temperaturunterschied beim Eintritt und Austritt der Heizflüssigkeit für das zu heizende System genügend gering ist. Der Versuch zeigt übrigens, daß der Ausgleich praktisch vollkommen ist, und daß beispielsweise, wie groß auch die Zahl der zu heizenden Elemente ist, dennoch die am ungünstigsten liegende Zelle kaum 1% weniger Kalorien erhält als die meistbegünstigte Zelle, wenn der Temperaturunterschied zwischen Eintritt und Austritt des ganzen Heizsystems 5—10° beträgt. Die Heizflüssigkeit (z. B. heißes Wasser) kann stets von neuem benutzt werden, indem man ihr die verlorenen Kalorien zurückgibt; man kann so, ohne Brennstoffverschwendung zu befürchten, den Temperaturunterschied zwischen Eintritt und Austritt selbst unter 5° herabdrücken. Das gleiche System kann auch für die gleichmäßige Abkühlung einer großen Zahl von Zellen benutzt werden; die Heiz- oder Kühlelemente können außerhalb oder innerhalb der Spinnzellen oder beiderseits angeordnet werden.

Was nun die Regelung des Gasstromes betrifft, so werden alle einem System angehörnden Zellen auf möglichst symmetrische Weise durch Röhren von ausgiebig berechneter Weite mit dem Saug- oder Drucksystem verbunden. Auf diese Weise wird die Druckdifferenz zwischen der Fördervorrichtung und jeder einzelnen Zelle so gleichmäßig wie möglich; die Unterschiede können gegenüber dem von der Fördervorrichtung erzeugten Druck oder Unterdruck vernachlässigt werden.

Um in jeder Zelle den Gasstrom auf die gewünschte Stärke herabzubringen, wird in jeder Zelle eine Vorrichtung angebracht, die einen

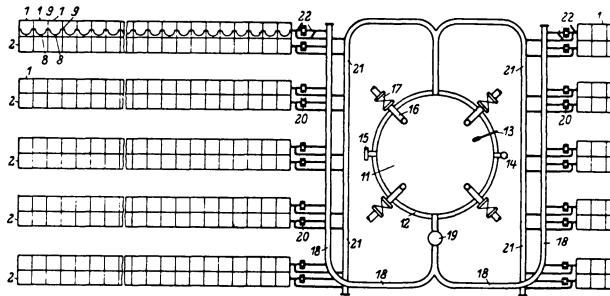


Fig. 260.

Druckverlust herbeiführt (Diaphragma, Einschnürung usw.); diese Vorrichtungen sind für alle dem gleichen System angehörnden Zellen gleich und werden dem Zweck entsprechend berechnet. Alle Zellen werden auf diese Weise genau vom gleichen Gasstrom durchflossen; dieser Strom entspricht der Gasmenge, die unter dem von der Fördervorrichtung erzeugten Über- oder Unterdruck durch die Öffnung der obenerwähnten Vorrichtung durchgehen kann.

Auf die vorstehend beschriebene Weise regelt man also für alle Zellen eines beliebig großen Systems mit einmahl und auf sehr einheitliche und konstante Weise: 1. die Heizung, indem man die Geschwindigkeit oder die Temperatur (oder beide zusammen) der Heizflüssigkeit regelt; 2. den Gasstrom durch Regeln des von der gewählten Fördervorrichtung erzeugten Über- oder Unterdruckes.

Lediglich als Beispiel wird im folgenden die Anwendung der Erfindung auf eine Gruppe von 500 Zellen gezeigt, in jeder dieser Zellen wird von unten nach oben eine Lösung von Zelluloseacetat in Aceton und Methylalkohol gesponnen. Die Zellen werden von einem Luftstrom durchflossen, der aus den Zellen ausgesogen wird. Fig. 260 zeigt im Grundriß die Anordnung der Heizung dieser Gruppe; der obere Deckel einer Halbgruppe von Zellen ist entfernt, um den Plan der Heizelemente zu zeigen. Die Verteilungsröhren sind nur für eine Halbgruppe angegeben, die Nebenorgane sind überhaupt nicht dargestellt. Fig. 261 zeigt im Grundriß und Aufriß die

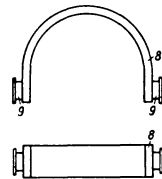


Fig. 261.

Einzelheiten eines Heizelementes. Fig. 262 und 263 geben die Ansicht von vorn und von der Seite eines Teiles der Gruppe; es ist hier im besonderen die Verbindung der Heizung und der Absaugrohranlage mit der Zelle dargestellt.

1, 1, 1 sind die aneinandergereihten, rechteckigen Einzelzellen, die die Teilgruppen 2, 2 von je 50 Zellen bilden. 3 ist eine Glastür, die in jeder Zelle den Spinnvorgang zu überwachen und zu ordnen gestattet.

Fig. 262.

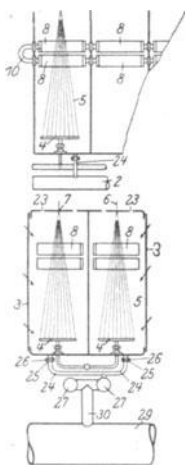


Fig. 263.

4 ist die Spinnvorrichtung jeder Zelle, die in geeigneter Weise mit Spinnflüssigkeit versehen wird. 5, 5 sind die Einzelfäden, die von jeder Düse geliefert werden; sie werden zum Faden 6 vereinigt, der durch eine geeignete Öffnung 7 austritt. 8, 8 sind die Doppelheizkörper, die für alle Zellen gleich sind und halbzyllindrische Hohlkörper darstellen; sie sind mit mehr Einzelheiten in Fig. 261 dargestellt. Die Heizelemente zweier benachbarter Zellen sind durch kurze und weite Rohre 9 verbunden, die die Zellwände durchdringen und in verschiedenartiger Weise angeordnet sein können. Die für den Rückweg des Heizwassers bestimmten Elemente sind mit den für den Hinweg bestimmten Elementen durch die gebogenen Rohre 10, 10 verbunden, die außerhalb der Zellen am äußersten Ende der Gruppen und dem Eintritt des heißen Wassers entgegengebracht sind; diese gebogenen Rohre sind sorgfältig gegen Wärmeverluste geschützt. Das heiße Wasser kommt aus dem Behälter 11, der sorgfältig mit einem Belag 12 gegen Wärmeverlust geschützt ist; dieser Behälter besitzt ein Thermometer 13, ein Wasserstandsrohr 14, ein Überflußrohr 15 und alle weiteren, etwa erforderlichen Teile. Vorteilhaft wird Kondenswasser oder gereinigtes Wasser verwendet, um Ablagerungen zu vermeiden. Im Behälter 11 wird das Wasser durch offene Dampfrohre 16, durch Ventile 17 geregelt, geheizt. Das heiße Wasser wird durch das Röhrensystem 18 zu den verschiedenen Zellengruppen mit Hilfe einer regulierbaren Pumpe 19 geleitet. Scheiben 20 mit genau festgesetzter Öffnung werden am Anfang jedes Heizsystems eingesetzt, so daß der Wasserzufluß in jedem System genau gleich ist; das gleiche kann auch durch andere einfache Mittel erzielt werden. Am Ende seines Kreislaufes gelangt das Wasser durch die Röhren 21 wieder in den Behälter 11 zurück. Diese Rohranlagen 18 und 21 werden sorgfältig gegen Wärmeverlust geschützt, Thermometer 20 werden am Eingang und Ausgang jedes Heizsystems, gegebenenfalls auch in den Zellen angebracht, um die Temperatur an verschiedenen Stellen zu kontrollieren. Die in der Heizung der Zellen gewünschten Veränderungen können in einfachster Weise durch Veränderung der Temperatur im Behälter 11 erzielt werden. Die Luft des Arbeitsraumes tritt in die Zellen durch die Öffnung 7 (da, wo der Faden austritt) und auch durch die Öffnungen 23, 23, die in der Nähe der Öffnung 7 in der Zellwand angebracht sind. Die Luft belädt sich beim Durchgang durch die Zellen mit den

Dämpfen des Lösungsmittels und tritt durch die Röhren 24, 24 aus; jede dieser Röhren ist mit einem Stutzen 25 versehen, der eine mit einer genau kalibrierten, für alle Zellen gleichen Öffnung versehene Scheibe 26 trägt. Durch einfaches Drehen der Scheibe kann der Durchgang unterbrochen werden. Die Röhren 24 führen zu den Nebensammelrohren 27, die mit Manometern und allen anderen erforderlichen Regel- und Kontrolleinrichtungen versehen sind. Diese Nebensammelrohre 27 vereinigen sich im Hauptsammelrohr 29 mittels einer Verbindung 30, die als Feuersicherheitsvorrichtung dient. Der Durchmesser aller dieser Leitungen 24, 27, 29, 30 ist sehr reichlich berechnet, so daß die gewünschte Luftmenge, ohne erheblichen Widerstand zu finden, durchgehen kann. Eine im Hauptsammelrohr 29 angebrachte Saugvorrichtung von regelbarer Stärke erzeugt einen Niederdruck, der mit Manometern gemessen werden kann.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Trockenspinnen künstlicher Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzielung einer gleichmäßigen Beschaffenheit der Fäden in allen Spinnzellen die Temperaturregelung durch Leitungen (8, 8) erfolgt, die einen Doppelstrang bilden, dessen Hälften von der Wärme- oder Kühlflüssigkeit nach dem Gegenstromprinzip durchflossen werden.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sämtliche Zellen mit untereinander genau gleichen Druckreduzierern ausgerüstet sind, die in an sich bekannter Weise in derart weit bemessene Abflußleitungen eingebaut sind, daß deren unvermeidliche Druckzustandsdifferenzen ohne wesentlichen Einfluß sind.

788. Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“, Paris. Verfahren und Apparat zur Herstellung von Fäden aus Zelluloselösungen.

Brit. P. 238 842 vom 24. I. 1925 (Prior. 22. VIII. 1924).

Beim Trockenspinnen von Zelluloseester- oder -ätherlösungen, besonders Lösungen von Zelluloseacetat, wird der Querschnitt des fertigen Fadens dadurch verändert, daß man in der Spinnatmosphäre die Menge Lösungsmitteldämpfe einstellt. Man erhält runde Querschnitte durch Erhöhen der Menge der Lösungsmitteldämpfe in der Atmosphäre der Spinnzelle. Dadurch vermeidet man die Bildung einer festen Hülle um den Faden; das Lösungsmittel kann nach außen durchtreten, und das Trocknen wird erleichtert. Das Trockenspinnen erfolgt in der geschlossenen Zelle C (Fig. 264), die mit dem Kondensator R, der die Spinnluft in Umlauf setzenden Vorrichtung v und dem Erhitzer q verbunden ist. Die Fäden treten aus der Spinnbrause F aus und

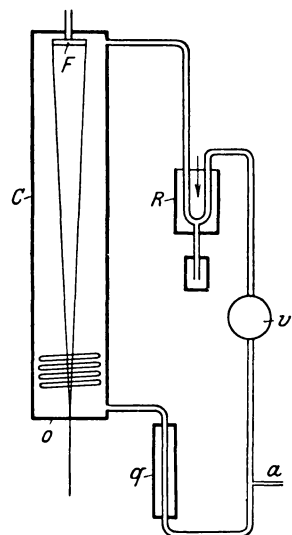


Fig. 264.

verlassen den Apparat durch die Öffnung *O*. Durch das Rohr *a* kann durch Undichtigkeiten verlorengegangenes Lösungsmittel dampfförmig zugeführt werden. Selbsttätiger Umlauf der Spinnatmosphäre kann dadurch erreicht werden, daß man Spinnluft oben in *C* eintreten läßt, die dann mit Lösungsmitteldämpfen beladen nach unten sinkt. Zur Vermeidung von Explosionen kann man als umlaufendes Gas ein inertes verwenden.

Nach Société Chimique des Usines du Rhône.

789. Société Chimique des Usines du Rhône, Paris. Apparat zur Herstellung von Fäden.

Brit. P. 263 393 vom 10. I. 1924; franz. P. 587 222 vom 21. XII. 1923 (Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“); schweiz. P. 108 464.

Um bei einer Trockenspinnvorrichtung die Temperatur in der Nähe der Spinndüsen unabhängig von der der Spinnzelle zu machen, verhindert man, daß die gewöhnlich erhitzte Verdampfungsatmosphäre die Spinndüsen erreicht in der Weise, daß man die warme Luft in der Mitte der Spinnzelle ableitet. Man hält so die Spinndüsen auf einer gewünschten niedrigen, für das Spinnen geeignetsten Temperatur und erzielt gleichmäßiges Spinnen und hohe Feinheit. Die Temperaturherabsetzung wird dadurch unterstützt, daß man an die Spinndüsen einen Teil des verdampfenden Mediums, gekühlt oder von gewöhnlicher Temperatur, heranführt, und daß man die Spinnzelle in der Nähe der Spinndüsen durch Kühlrippen, Kühlschlangen oder -mäntel von innen oder außen abkühlt. Die Spinnzelle besteht z. B. aus den Teilen *1 a* und *1 b* (Fig. 265) sowie dem konischen Unterteil *11*, der die Austrittsöffnung *12* für den Faden enthält. Der Mittelteil *1 b* ist von einem Heizmantel *27* umgeben, dem das Heizmittel durch die Röhren *3* und *3 a* zugeführt wird; durch die Röhren *4* und *4 a* fließt es ab. Die Luft tritt durch die Öffnung *12* oder *20* in die Zelle ein, ebenso in der Nähe der Spinndüsen durch die Öffnung *21*. Die mit den Lösungsmitteldämpfen beladene Luft wird durch Rohre *22* abgezogen, die in einen Ringraum *23* oberhalb der Heizzone münden. Prellplatten mit oder ohne Durchbrechungen sind an den Ein- und Austrittsöffnungen vorgesehen, um Wirbel zu verhüten. Die verschiedenen Zellen können mit den Regulier Vorrichtungen der brit. Patentschrift 233 384¹⁾

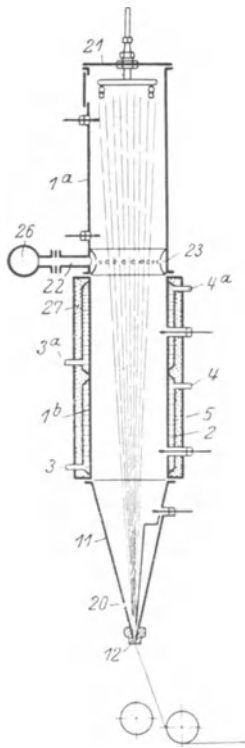


Fig. 265.

versehen sein. Das durch die Rohre *22*, *26* abgezogene Verdampfungsmittel kann in die Luft gehen oder in Wasser oder einen Aspirator oder

¹⁾ Siehe S. 629.

kann von Lösungsmitteln befreit und gegebenenfalls wieder benutzt werden. Es kann auch von einer Zelle zur andern geführt und dadurch an Lösungsmittel angereichert werden.

Nach Basset und Banigan.

790. H. P. Basset, Cynthiana, Ky., und Th. F. Banigan, Philadelphia. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und ähnlicher Produkte.

Ver. St. Amer. P. 1 497 321 vom 10. VI. 1924, angem. 14. V. 1923.

Eine Zellulosekomposition, die Acetyl- und Nitrogruppen an Zellulose gebunden enthält, wird in einer Mischung aus starker Essigsäure und Aceton gelöst und die Lösung durch geeignete Öffnungen gepreßt.

Nach Courtaulds Ltd. und Mitarbeiter.

791. Courtaulds Ltd., London, L. Clément und C. Rivière, Pantin. Verbesserungen bei der Herstellung von Fäden, Fasern usw. aus Zelluloseestern.

Brit. P. 224 404 vom 5. I. 1924.

Lösungen von Zelluloseacetat, Nitrozelluloseacetat oder Nitrozellulose in Aceton, Chloroform, Methylacetat oder einem anderen geeigneten Lösungsmittel werden durch geeignete Öffnungen in ein Bad aus einem verseifbaren tierischen oder pflanzlichen Öl, wie Rizinus- oder Leinöl, eingepreßt. Das verwendete Lösungsmittel muß mit dem Öl des Fällbades mischbar sein. Man erhält sehr weiche glänzende Fäden.

792. Courtaulds Ltd., London, und W. H. Glover, Bedford. Verbesserungen in der Herstellung von Fäden, Fasern usw. aus Zelluloseäthern.

Brit. P. 224 405 vom 5. I. 1924; franz. P. 588 811.

Lösungen von Zelluloseäthern in einem geeigneten flüchtigen Lösungsmittel werden durch geeignete Öffnungen in ein Bad aus einem verseifbaren tierischen oder pflanzlichen Öl, wie Rizinusöl, Leinöl oder Lebertran, oder ein Gemisch solcher Öle gepreßt.

793. Courtaulds Ltd., London, und H. J. Hegan, Coventry. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosekarboxylaten.

Brit. P. 229 075 vom 2. II. 1924; franz. P. 590 097.

Die Lösung eines Esters der Zellulose mit einer niederen Fettsäure, besonders eines Zelluloseacetats, läßt man eintreten in ein Bad aus einer höheren Fettsäure, dem u. U. ein tierisches oder pflanzliches Öl zugesetzt ist, und welches kein Wasser enthält. Besonders geeignet ist Ölsäure, der Rizinus- oder Leinöl oder Lebertran zugesetzt ist. Geeignete Lösungsmittel für den Zelluloseester sind Aceton oder Mischungen von Aceton mit Äthylalkohol.

794. Courtaulds Ltd., London, und H. D. Gardner, Wallington. Verbesserungen in der Herstellung von Fäden, Fasern usw. aus Zelluloseestern.

Brit. P. 239 622 vom 20. VI. 1924.

Hohle Fäden werden dadurch erzeugt, daß man eine Lösung von z. B. Acetylzellulose in einem mit Wasser mischbaren Lösungsmittel in ein wäßriges Fällbad einbringt und den Faden eine erheblich längere Fällstrecke durchlaufen läßt, als bei der Erzeugung glänzender Fäden üblich ist. Man läßt z. B. eine 10%ige Lösung von Zelluloseacetat in Essigsäure in Wasser von gewöhnlicher Temperatur austreten und die Fäden eine bis 2 m lange Fällstrecke bei einer Abzugsgeschwindigkeit von etwa 18 m in der Minute durchlaufen. Die Fäden sind nach dem Trocknen opak und haben die Form mehr oder weniger abgeflachter Röhren.

Nach Bindschedler und Juer.

795. E. Bindschedler, Philadelphia, und G. Juer, Hopewell, Va. (Tubize Artificial Silk Company, Delaware). Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide und anderer Produkte aus Zelluloseestern. Ver. St. Amer. P. 1 551 791 vom 1. IX. 1925, angem. 24. II. 1922; franz. P. 578 141.

Eine Lösung von Acetylzellulose oder ihren Homologen in einem Lösungsmittel, das hauptsächlich aus Aceton besteht, wird in die gewünschte Form gebracht und das Lösungsmittel durch Eintauchen in z. B. konzentrierte Chlorkalziumlösung entfernt, in der die Zelluloseester unlöslich sind.

Nach Fabrique De Soie Artificielle De Tubize.

796. Fabrique De Soie Artificielle De Tubize, Soc. Anon., Brüssel. Verbesserungen an Spindeln für Spinnmaschinen.

Brit. P. 219 674 vom 8. VII. 1924 (Prior. Frankr. 26. VII. 1923).

Die Vorrichtung soll hauptsächlich in der Acetatseidenspinnerei verwendet werden, bei der Glockenspindeln benutzt werden, die nur mitgeschleppt werden, während die Aufwickelspulen angetrieben werden. Damit nun sehr hohe Spulendrehzahlen, z. B. 20 000 in der Minute, erzielt werden können, soll sich die Spule nach Art eines Kreisels einstellen können. Zu diesem Zwecke ist die Spule auf einer die Glockenspindel umfassenden Hülse gelagert, deren Innendurchmesser größer ist als der Spindeldurchmesser, wodurch Schwingungen der Spulenhülse ermöglicht sind. Die Spulenhülse und der sie antreibende Wirbel sind auf Kugellagern gelagert, die eine Schwingung (Selbsteinstellung) des Wirbels mit Spulenhülse zulassen. An der Spulenhülse ist eine Schwingscheibe angebracht, die unterstützend bei der kreiselartigen Einstellung der Spule wirkt. (1 Zeichnung.)

Über absoluten Alkohol als Lösungs- und Reinigungsmittel für Nitro- und Acetylzellulose vgl. brit. P. 226142, S. 57.

Über die Herstellung von Acidylzellulosen und ihre Verwendung s. E. J. Fischer, Kunststoffe 1912, S. 48—52 und 64—69 sowie 1914, S. 102—105 und 123—126.

Über die Herstellung eines Textilstoffs aus Streifen von Äthylzellulose s. W. Sachs, D.R.P. 342 097 Kl. 29 b vom 1. X. 1918 (gelöscht).

Über Zelluloseätherseide s. R. Schwarz, Deutsche Faserstoffe und Spinnpflanzen. 1921, S. 28—29.

Über die Herabsetzung der Viskosität von Acetylzelluloselösungen durch Erhitzen s. D.R.P. 359 311, S. 54.

6. Aus Lösungen von Zellulose in konzentrierten Salzlösungen.

Nach Beck.

797. F. Beck, Arnhem, Holland. Verfahren zur Herstellung von Kunstfasern aus Lösungen von Zellulose in konzentrierten Salzlösungen.

D.R.P. 353 662 Kl. 29b vom 20. VII. 1920 (gelöscht).

Es ist bekannt, daß man aus Lösungen von Zellulose in konzentrierten Salzlösungen, z. B. von Kalziumrhodanid, Kalziumbromid usw., die Zellulose wiedergewinnen kann, wenn man das Salz mit Wasser, wäßrigen Lösungen usw. auswäscht. Versucht man dieses Verfahren bei der Herstellung von Kunstfasern anzuwenden, indem man die Spinnlösung (Lösung der Zellulose in den genannten Salzen) in die angeführten Bäder eintreten läßt, so erhält man entweder keinen brauchbaren Faden, oder aber es entsteht aus dem Fällbad eine Lösung, in der das im Fällbad ursprünglich gelöste Salz mit dem der Spinnlösung vermischt ist, so daß es schwierig ist, eines von beiden oder beide wiederzugewinnen.

Nach der Erfindung wird dieser Nachteil dadurch vermieden, daß man als Fällbad eine starke Lösung desjenigen Salzes benutzt, in dem die Zellulose in der Spinnflüssigkeit gelöst ist. Für die Wiedergewinnung ergibt sich dadurch eine Lösung, die nur ein Salz enthält, das in einfacher Weise zu erhalten ist, um von neuem verwendet zu werden. Man löst z. B. Zellulose in 8—10fach normalem Kalziumrhodanid und erhält diese Spinnflüssigkeit durch Warmhalten flüssig und in der richtigen Konsistenz. Als Fällbad dient z. B. eine 60%ige kalte Lösung desselben Salzes; ein kleiner Zusatz eines organischen mit Wasser mischbaren Lösungsmittels wie Alkohol, Methylalkohol, Aceton usw. wirkt dabei günstig.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstfasern aus Lösungen von Zellulose in konzentrierten Salzlösungen, dadurch gekennzeichnet, daß als Fällbad eine starke Lösung desselben Salzes benutzt wird, in dem die Zellulose gelöst ist.

c) Die Herstellung künstlicher Seide aus Stoffen tierischen Ursprungs, Eiweißkörpern, den Bestandteilen natürlicher Seide u. dgl., Pflanzenschleimen, Kunstharzen, Kautschuk.

Von geringerer technischer Bedeutung als die bisher geschilderten Verfahren, welche künstliche Seide aus Zellulose und Zellosedervaten herstellen, sind die Verfahren, welche Ausgangsstoffe tierischen Ursprungs oder Pflanzenschleime verwenden. In größerem Maßstabe hergestellt ist wohl nur die Gelatineseide von A. Millar (s. unten), welche als Vandura- oder Vanduara-Seide von einer englischen Gesellschaft in den Handel gebracht wurde, trotz ihres niedrigen Preises die Zelluloseseiden aber nicht verdrängen konnte, weil sie, besonders in feuchtem Zustande, nur geringe Festigkeit besaß.

Die in Betracht kommenden Verfahren sind die folgenden:

Nach Millar.

798. A. Millar, Glasgow. Herstellung von für Textilzwecke geeigneten und in Wasser unlöslichen Fäden und Gespinsten aus Gelatine.

D.R.P. 88 225 Kl. 29 vom 11. VII. 1895 (gelöscht); franz. P. 248 830; brit. P. 15 522¹⁸⁹⁴; Ver. St. Amer. P. 611 814; schweiz. P. 12 728.

Gelatine im chemischen Sinne, d. h. tierischer Leim, Hausenblase oder auch Handelsgelatine od. dgl., wird in heißem Wasser aufgelöst und durch Zusatz von Kaliumbichromat oder ähnlich wirkenden Chemikalien derartig präpariert, daß die Leimsubstanz, wenn sie getrocknet und evtl. dem Lichte ausgesetzt ist, ihre Löslichkeit in Wasser verliert. Die obige Lösung wird, nachdem sie zur erforderlichen Konsistenz eingedampft ist, in heißem Zustande in ein Gefäß gebracht, dessen Boden mit einer Anzahl feiner, warzenförmiger Öffnungen ausgestattet ist, aus welchen die Gelatinemasse unter dem erforderlichen Druck in Form der gewünschten Fäden herausgepreßt wird.

In Fig. 266 und 267 ist in zwei rechtwinklig gegeneinander gerichteten Schnitten ein zum Ausziehen der Gelatinemasse geeigneter Apparat schematisch veranschaulicht. Zur Aufnahme der präparierten Leimmasse dient das zylindrische Gefäß *A*, welches am Boden mit einer Anzahl feiner Röhrchen *B* versehen ist, je mit einem Absperrhahn B_1 und einer verlängerten Mündung mit sehr feiner Ausflußöffnung. Nach oben ist das Gefäß *A* luftdicht mit einem Deckel oder einer Haube *C* mit zwei Hahnstutzen C_1C_2 verschlossen, während das Gefäß außen mit einem ebenfalls zylindrischen Mantel *D* mit einem Zuflußrohr D_1 und einem Abflußrohr D_2 umgeben ist. Die dünn auslaufenden Mündungsenden der Rohre *B* sind durch ein zylindrisches, geschlossenes Gefäß *E* hindurchgeführt, so daß die Enden der Rohre durch die untere Gefäßwand

hindurchreichen. An seinen beiden Enden ist der Zylinder E mit einem Einlaßhahn E_1 und einem Auslaßhahn E_2 versehen.

Die Füllung des Gefäßes A mit präparierter Leimmasse geschieht durch den Hahn C_1 , welcher darauf geschlossen wird, während die Masse durch einen Strom von heißem Wasser, welcher in dem äußeren Mantel D umläuft, im flüssigen Zustande erhalten wird. Dieser Heißwasserstrom ist in der Weise zu regeln, daß die Temperatur während der Dauer des Prozesses möglichst genau auf 93° gehalten wird. Der Zylinder E ,

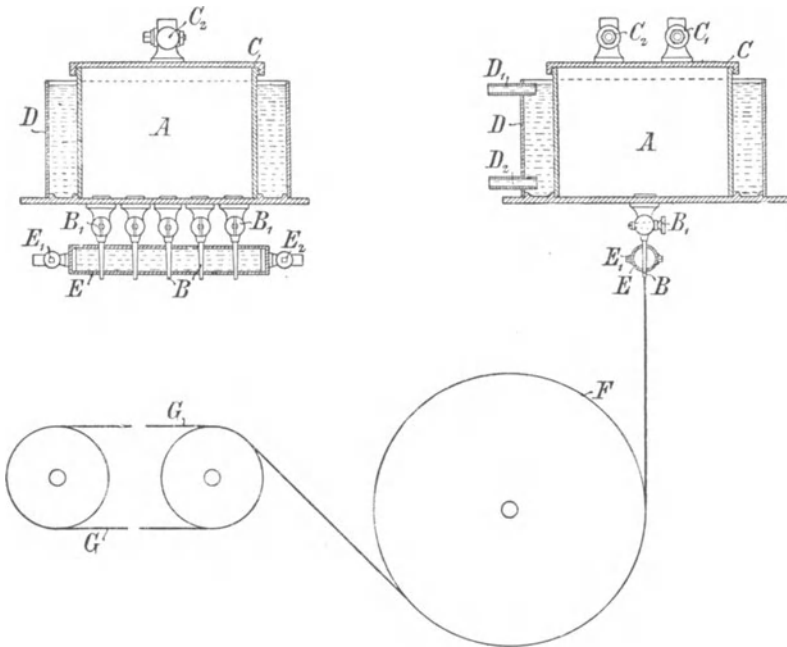


Fig. 266 u. 267.

durch welchen die Mündungsenden der Röhre B hindurchgehen, wird ebenfalls von warmem Wasser durchflossen und durch Regeln des Ab- und Zuflusses auf 38° erhalten, bei welcher Temperatur sich das Ausziehen der Gelatine in Fäden am besten vollziehen läßt. Bei der Temperatur von 38° ist die gehörig konzentrierte Leimmasse bereits zu steif, um ohne Druckanwendung aus den feinen Mündungen der Röhren B auszufließen. Es ist zu diesem Zwecke erforderlich, auf die flüssige Masse in dem Gefäß A einen entsprechenden Druck auszuüben, was am geeignetsten mittels komprimierter Luft zu bewerkstelligen ist. Durch den Druck dieser durch den Hahn C_2 eingeführten komprimierten Luft wird die Gelatinemasse mit einer Temperatur von 38° , d. h. im erstarrten Zustande, in Form feiner Fäden aus den unteren feinen Mündungen der Röhre B ausgetrieben. Diese Fäden können von einer Trommel F , deren Umdrehungsgeschwindigkeit entsprechend zu regeln ist, nach Bedürfnis zu noch größerer Feinheit ausgezogen werden und

werden von dort auf einem endlosen Tuche *G*, welches sich in der gleichen Geschwindigkeit wie die Peripherie der Trommel *F* bewegt, weitergeführt. Am anderen Ende des Transportbandes *G* können die fertigen Fäden entweder einzeln abgehaspelt werden oder in der Art von Seidengarn zu mehreren in beliebiger Weise zusammengesponnen werden.

Am vorteilhaftesten ist es, die Chemikalien, welche dazu dienen, die Gelatine in Wasser unlöslich zu machen, wie Kaliumbichromat, Alaun, Chromalaun, Tannin, Gallussäure, Chromsäure, Wolframsäure sowie die Salze dieser Säuren, Formaldehyd u. dgl., der Gelatinemasse im erwärmten flüssigen Zustande, wie beschrieben, beizufügen, indessen können auch die fertigen Fäden aus Gelatine durch nachträgliche Behandlung mit den oben erwähnten Stoffen in Wasser unlöslich gemacht werden. Die Festigkeit und Steifigkeit der erzeugten Fäden kann nach Bedürfnis durch Zusatz entsprechender Mengen von Glycerin, Rizinusöl od. dgl. zu der flüssigen Masse verändert werden, auch kann diese Masse durch Zusatz fein geriebener Farbstoffe oder flüssiger Farbextrakte nach Belieben gefärbt werden.

Patentanspruch: Die Herstellung von für Textilzwecke geeigneten und in Wasser unlöslichen Fäden und Gespinsten aus Gelatine durch Behandlung derselben mit doppeltchromsaurem Kali oder ähnlich wirkenden Chemikalien.

799. A. Millar, Glasgow. Verbesserungen in der Herstellung von Fäden für Textilzwecke.

Brit. P. 6700¹⁸⁹⁸; schweiz. P. 18 042; Ver. St. Amer. P. 625 345.

Die Erfindung besteht in der Herstellung von Fäden für Textilzwecke aus Eialbumin, Fibrin, gelatinösen Stoffen aus Seepflanzen und aus anderen Proteinstoffen. Der betreffende Stoff, aus welchem der Faden gemacht werden soll, wird in ein Gefäß gebracht und durch ein Lösungsmittel, z. B. Wasser, flüssig oder durch Hitze plastisch gemacht. Wenn Kasein aus Milch angewendet wird, löst man es in Eisessig oder einem anderen passenden Lösungsmittel so auf, daß die Lösung etwa 50% Handelskasein enthält. Das Gefäß ist mit feinen Öffnungen versehen, durch die die Lösung oder die plastische Masse in dünnen Fäden austritt; diese flüssigen oder plastischen Fäden fallen auf ein endloses bewegtes Band von bedeutender Länge, auf welchem sie soweit getrocknet werden, daß sie abgenommen und auf einer Spule aufgewunden werden können. Um die Fäden in Wasser unlöslich zu machen, unterwirft man sie der Einwirkung von Formaldehyd oder von Kalialaun-, Chromalaun- oder Kaliumbichromatlösung, oder man behandelt sie nach einem der Verfahren, die zum Unlöslichmachen von Albumin oder Gelatine allbekannt sind und in der Photographie vielfach angewendet werden.

Die Erfindung besteht ferner darin, mit dem Albumin oder analogen Stoffen Metallverbindungen, besonders Verbindungen der Alkali- und Erdalkalimetalle, z. B. Kalziumphosphat und Aluminiumphosphat, zu vereinigen. Diese Metallsalze können auch — in Mengen von 5–20% — mit Gelatine allein ohne Zusatz von Albumin oder anderen Proteinstoffen

verwendet werden. Die aus den genannten Stoffen hergestellten Fäden sind in ihrer chemischen Zusammensetzung der Seide, Wolle, dem Haar und anderen unlöslichen tierischen Produkten ähnlich, sie sind biegsamer, elastischer und fester, als wenn sie aus Gelatine, Albumin oder analogen Stoffen ohne Zusatz der genannten Metallverbindungen hergestellt werden. So gibt z. B. 1 T. Aluminiumchlorid auf 300 T. trockenes Albumin der daraus hergestellten Lösung größere Viskosität und dem daraus hergestellten Faden größere Festigkeit. Um den Albuminfaden wasserunlöslich zu machen, setzt man etwa 1% einer 40%igen Formaldehydlösung der Eiweißlösung zu oder man behandelt die fertigen Fäden mit Formaldehydlösung oder mit den Dämpfen von Formaldehyd. Zur Ausführung dieser Erfindung verfährt man wie in den Patenten 15 522^{1894 1)} und 2713^{1897 2)} angegeben. Wenn Kalialaun, Chromalaun oder Kaliumbichromat zum Unlöslichmachen der Fäden verwendet werden, so wendet man 5% der Lösung an (?). Die Fäden lassen sich nach den gebräuchlichen Verfahren färben³⁾, oder der Farbstoff wird der flüssigen Masse zugesetzt, bevor die Fäden gebildet werden.

800. A. Millar, Glasgow. Verfahren zur Herstellung von langen Fäden aus Seidenraupen.

D.R.P. 93 795 Kl. 29 vom 24. II. 1897 (gelöscht); brit. P. 2713¹⁸⁹⁷; Ver. St. Amer. P. 594 888; schweiz. P. 13 972.

Ein wohlbekanntes Produkt wird von den Seidenraupen erhalten durch Verarbeitung der Weichteile dieser Insektenkörper bei einem bestimmten Lebensalter der Insekten zur Gewinnung der darin enthaltenen gelatinösen Masse. Letztere wird in Fäden ausgezogen und auf Pappen oder ähnliche Unterlagen aufgewickelt, wobei es sich herausgestellt hat, daß diese Fäden im trockenen Zustande sehr zähe und fest sind und im Gebrauch durch Wasser nicht angegriffen werden.

Den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet ein Verfahren, diese Art von Fäden in größeren zusammenhängenden Längen zu gewinnen, so daß sie für viele Gebrauchszwecke geeigneter werden als die verhältnismäßig kurzen Fäden, welche nach den bekannten Verfahren hergestellt werden. Nach dem neuen Verfahren wird die gelatinöse, aus den Körpern der Seidenraupen gewonnene Masse unter entsprechendem Druck in ein Gefäß gebracht, welches mit feinen Auslaßöffnungen oder kleinen Rohransätzen versehen ist, aus denen die Masse in Fadenform austritt und auf ein oder mehrere Tücher oder Bänder ohne Ende gelangt, durch welche die Fäden in zusammenhängenden Längen ausgezogen und während der Bewegung genügend getrocknet werden, um in Docken oder Spulen aufgehäpelt werden zu können. Eine diesem Zwecke dienende Vorrichtung ist in Fig. 268 in Seitenansicht dargestellt.

In einem am unteren Ende mit einem Auslaßhahn *B* versehenen Metallzylinder *A* bewegt sich mit einer Kolbenstange *D* ein Kolben *C*. Die Kolbenbewegung wird durch einen mit einem Gewicht *F* aus-

1) Siehe S. 638. — 2) Siehe nachstehend.

3) Nach Mitteilungen aus der Praxis ließ sich Vandura-Seide nur in der Masse färben. Die Fäden aus Eiweißstoffen würden demgegenüber einen Vorzug haben.

gestatteten Hebel *E* bewirkt; für das obere Ende der Kolbenstange ist eine Führung *G* vorgesehen. Um den Zylinder *A* befindet sich ein konzentrischer Außenmantel; der Raum zwischen diesem und dem Zylinder ist mit auf geeignete Temperatur erwärmtem Wasser angefüllt. Der Ablasshahn *B* ist unten mit einem oder mehreren feinen, warzenähnlichen Rohransätzen *I* versehen. Außerdem befindet sich über dem Auslasshahn *B* innerhalb des Zylinders *A* ein weiteres Rohrstück *J*, welches

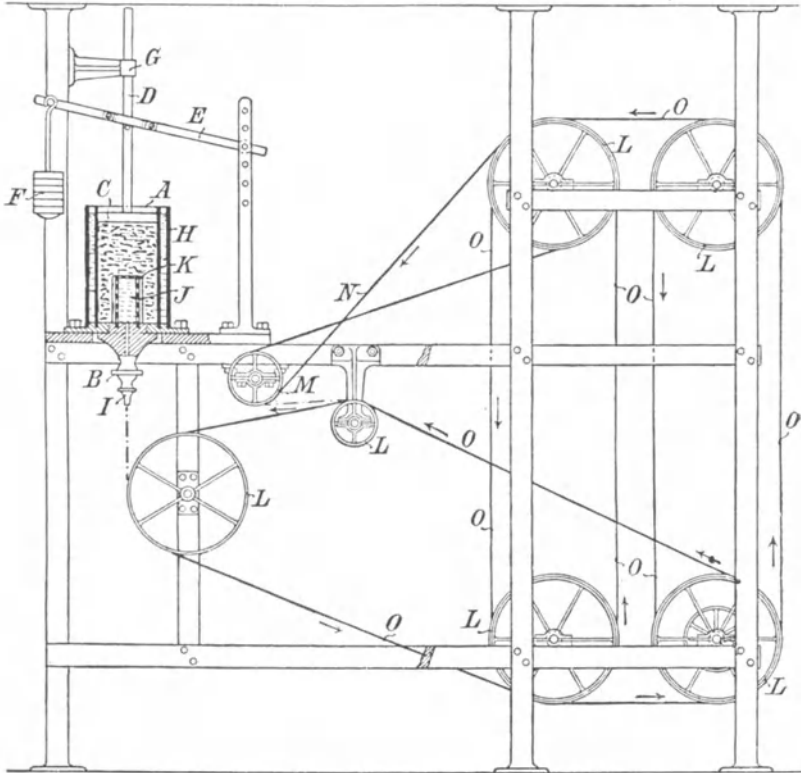


Fig. 268.

oben geschlossen und mit einer größeren Anzahl feiner Bohrungen in seinen zylindrischen Wandungen versehen ist. Um das Rohrstück *J* ist außen ein Stück feiner Gaze *K* herumgelegt und unten und oben mit Draht derartig fest verbunden, daß es eine Art Durchschlag bildet. Der Zylinder *A* wird mit der gelatinösen Masse der Seidenraupen gefüllt, welche zu diesem Zwecke getötet werden, wenn sie vollständig ausgewachsen sind und anfangen zu spinnen. Die aus den Raupen herausgenommenen, mit dem gelatinösen Stoff gefüllten Weichteile werden in zwei oder mehrere Stücke zerschnitten und so in den Zylinder gebracht. Nach genügender Füllung des Zylinders wird der Kolben *C* eingesetzt und durch den beschwerten Hebel *E* herabgedrückt. Wenn

nun der Abflußhahn geöffnet ist, wird die flüssige Masse durch das Gazegewebe filtrieren, sich innerhalb des Rohrstückes *J* ansammeln und unten in Fadenform durch die feinen Rohrmündungen *I* austreten. Die Häutchen aus den Weichteilen sowie etwaige Fremdkörper sammeln sich auf dem Boden des Zylinders an. Die Gelatinefäden fallen oder werden in anderer Weise auf das Band ohne Ende *O* gebracht, welches von bedeutender Länge, vielleicht 60—70 m, und schraubenförmig über die Gruppen von Trommeln und Riemenscheiben *L* gelegt ist, von denen die obere Reihe mittels eines Treibriemens von einer Dampfmaschine oder einem beliebigen anderen Motor ihren Antrieb erhält. Die anderen Reihen von Trommeln oder Riemscheiben werden durch das Band ohne Ende bewegt. Das endlose Band *O* ist auf seiner Oberseite mit Firnis oder einem ähnlichen Anstrich überzogen, derartig, daß die Gelatinefäden darauf nicht anhaften, sondern leicht davon abgehoben werden können, wenn das Band die sämtlichen Trommeln ziemlich durchlaufen hat. Der Raum, in welchem die Maschine arbeitet, ist auf einer Temperatur von etwa 27° oder mehr zu erhalten, damit die Fäden genügend austrocknen, um sich gut von dem Band *O* ablösen und auf die kleine Trommel *M* aufspulen zu lassen. Diese Trommel *M* wird von einer der Trommelreihen, auf denen das endlose Band läuft, durch eine Schnur oder Riemen *N* angetrieben, und zwar mit einer dem Band *O* entsprechenden Geschwindigkeit. Um die oberflächlich getrockneten Gelatinefäden der Luft so lange als möglich auszusetzen, hat diese Spultrommel *M* auf ihrer Achse hin- und hergehende Bewegung, damit die Fäden in Schraubenwindungen darauf aufgewickelt werden. Wenn auf der Spultrommel eine genügende Fadenmenge aufgewickelt ist, wird sie herausgenommen und an ihrer Stelle eine neue eingesetzt. Die vollgespulten Rollen werden in einem wärmeren Raume vollständig getrocknet und darauf die Fäden in Strähnen oder Docken gebracht. Die mit der Gelatinemasse der Seidenraupen immer gemeinschaftlich vorhandene Gummisubstanz kann von den Fäden durch Einweichen oder Kochen in Seifenwasser oder eine andere zweckentsprechende Maßnahme entfernt werden.

Die nach dem beschriebenen Verfahren hergestellten Fäden können als Ersatz für Pferdehaare in der Fabrikation von Sieben, Haargeweben oder von Spitzen, Flechten, Tressen oder anderen Besatzarten sowie als Ersatz von Borsten in der Bürstenfabrikation Verwendung finden. Für andere Zwecke, bei denen die natürliche Steifigkeit und Elastizität der so hergestellten Fäden nachteilig sein würde, können die Fäden in einer ganz besonderen Feinheit hergestellt und durch Zusammenflechten oder Zusammenspinnen von mehreren zu einem Faden von größerer Biegsamkeit vereinigt werden. Solche mehrfach zusammengesetzten Fäden können an Stelle von Leinen-, Baumwollen- und Seidengarnen für verschiedene Textiltwecke Benutzung finden. Die Feinheit der in der beschriebenen Weise aus der Gelatinemasse gewonnenen Fäden ist abhängig von der Weise der Bohrungen der kleinen Ausflußröhrchen, von der Temperatur der Gelatinemasse in dem Zylinder und von der Geschwindigkeit der Bewegung des endlosen Bandes. In dem Zustande,

in welchem der Gelatinefaden die Ausflußöffnung verläßt, ist er dehnbar genug, um äußerst dünn ausgezogen werden zu können, bevor er auf das Transportband gelangt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von seidenen Fäden in großen Längen durch Verarbeitung von Seidenraupen oder der aus ihren Weichteilen gewonnenen gelatinösen Substanz unter Druck in einem geschlossenen Gefäß mit entsprechend feinen Auslaßöffnungen, aus denen die Masse, in Gestalt von Fäden heraustretend, über Trockenbänder oder Rollen weitergeführt und am Ende auf Spulrollen aufgewickelt wird.

Nach Mugnier.

801. J. Mugnier, Lyon. Verfahren zur Herstellung von tüllartigen Geweben.

D.R.P. 148 587 Kl. 29b vom 11. V. 1901 (gelöscht); brit. P. 9482¹⁹⁰¹.

Die bekannten Verfahren zur Gewinnung von Fäden aus den gallertartigen Stoffen pflanzlichen Ursprungs hatten den Nachteil, daß die aus solchen Fäden hergestellten Tüllgewebe unter dem Einflusse der Luftfeuchtigkeit weich wurden und zusammenfielen. Außerdem waren die nach dem bekannten Verfahren hergestellten Fäden und Gewebe von geringer Festigkeit und Geschmeidigkeit.

Durch das vorliegende Verfahren werden diese Nachteile beseitigt. Das wird dadurch erreicht, daß mit der aus den verschiedenen geeigneten Pflanzen gewonnenen Gallerte entsprechende Mengen Gluten, Glycerin und Borax vereinigt oder ihr zugesetzt werden, worauf die Gallertmassen versponnen und zum Gewebe verarbeitet werden. Die in den Fäden des fertigen Gewebes etwa noch zurückgebliebenen, in Wasser löslichen Bestandteile sowie die bekannten Zusätze (Gluten, Glycerin, Borax, Gelatine usw.) werden dann noch durch eine entsprechende Behandlung in kaltem Wasser entfernt, so daß die getrockneten Gewebe zwar nicht gewaschen werden dürfen, aber gegen Luftfeuchtigkeit widerstandsfähig sind. Insbesondere eignet sich als Ausgangsstoff zur Gewinnung der Gallertmasse das Lichenin, ein aus verschiedenen Flechtenarten gewonnener Extraktivstoff, ferner Pektin, ein in den fleischigen Teilen verschiedener Pflanzen, gewisser Früchte und Wurzeln enthaltener und unter diesem Namen bekannter Pflanzenschleim, endlich das Karraghin (Extrakt aus dem Karragheenmoos) und das Cerasin, ein Bestandteil der in kaltem Wasser löslichen Gummiarten. Ebenfalls verwendbar sind noch die Gelose, ein im Handel unter der Bezeichnung Agar-Agar oder Hai Thao bekannter Extrakt aus verschiedenen Algen, welchen die für das vorliegende Verfahren wertvolle Eigenschaft gemein ist, daß sie nicht in kaltem, sondern nur in heißem oder kochendem Wasser löslich sind und nach dem Erkalten zu einer Gallerte erstarren. Da aber die aus dieser Gallerte erzeugten Fäden gegen Luftfeuchtigkeit nicht genügend widerstandsfähig sind und das Gewebe unter dem Einflusse letzterer schnell in sich selbst zusammenfällt, so ist es erforderlich, die Gallerte von ihren in kaltem Wasser löslichen Bestandteilen zu befreien. Zu diesem Zweck wird die Gallerte in kleine Stücke zerteilt, in

kaltem Wasser längere Zeit liegengelassen und zuletzt z. B. mittels Filterpressen filtriert, u. U. unter Wiederholung dieses Waschens. Die gewaschene Gallerte, welche, falls sie nicht die richtige Konsistenz besitzt, wiederholt mit kochendem Wasser aufgearbeitet werden kann, wird nunmehr auf Fäden oder Gewebe verarbeitet, und zwar unter Zusatz gewisser, die Fadenbildung befördernder Stoffe, wie z. B. Glycerin und Borax, und unter etwaiger Beimengung von Stoffen, welche, wie insbesondere Gluten, eine verdickende Wirkung haben und die Aufnahmefähigkeit erhöhen.

Zur Herstellung der Gewebe eignet sich z. B. folgendes Bad bei einer Temperatur von 70°: Man stellt eine Lösung von gut gewaschener Gelose in warmem Wasser her, die 5–6% von letzterem enthält, fügt 3–4% Borax, 1½% Gluten, 1% Glycerin und ebensoviel Gelatine hinzu. Die Färbung kann entweder durch Zusatz von entsprechenden Farbstoffen zu obiger Flüssigkeit bewirkt werden, oder es kann der fertige Faden oder das fertige Gewebe gefärbt werden. Die Appretur des fertigen Gewebes wird am zweckmäßigsten durch natürliche Gelatine, deren Überschuß beim nachträglichen noch zu beschreibenden Waschen des Gewebes mit Wasser entfernt wird, hervorgerufen. Da die Zusätze und insbesondere Glycerin und Borax die Widerstandsfähigkeit des Gewebes beeinträchtigen, und zwar insofern, als durch den Gehalt an Glycerin das Gewebe hygroskopisch, durch den an Borax dagegen spröde und brüchig wird, so müssen diese zur Erleichterung der Fadenbildung der Gallerte zugesetzten Stoffe durch nachträgliches Waschen mit kaltem Wasser entfernt werden. Diese Waschung wird in der Weise vollzogen, daß man die Gewebe zwischen zwei mit einem das Anhaften der Gewebe verhindernden Firnisstrich versehene Leinwandlagen bringt, das ganze um eine gelochte Trommel wickelt und diese in kaltem Wasser während 8–10 Stunden sich drehen läßt. Nach dieser Zeit werden die Leinwandlagen aufgewickelt und zwecks Trocknung auf glatte Unterlagen gelegt. Bei diesem Waschen wird aber auch noch der Rest der in kaltem Wasser löslichen Bestandteile und ebenso der Überschuß der Gelatine entfernt. Wünscht man festere Gewebe herzustellen, so kann man dies in der Weise erreichen, daß man während des Waschens zwei oder mehrere Gewebelagen aufeinander bringt, welche beim Waschen miteinander zu einem einzigen dichteren Gewebe verschmelzen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von tüllartigen Geweben aus Pflanzenschleim, dadurch gekennzeichnet, daß der aus dem letzteren hergestellten Gallerte Glycerin, Borax, Gluten vereinigt oder nur einzeln zugesetzt werden, zum Zweck, die Geschmeidigkeit und Festigkeit der zu verspinnenden Masse zu erhöhen und die Bildung fester Fäden zu erleichtern.

2. Für die nach Anspruch 1 hergestellten Gewebe eine nachträgliche Behandlung mit kaltem Wasser, wobei zur Vermeidung des Zusammenfallens sich die Gewebe zweckmäßig zwischen gefirnißten Leinwandlagen befinden können, zum Zweck, die restlichen im Wasser löslichen Bestandteile der Gewebe und deren Zusätze (z. B. Glycerin, Borax,

Gelatine usw.) zu entfernen und dadurch das Gewebe gegen Luftfeuchtigkeit widerstandsfähig zu machen.

Nach Todtenhaupt.

802. Dr. Fr. Todtenhaupt, Dessau. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden für Haare und Gewebe.

D.R.P. 170 051 Kl. 29b vom 3. VIII. 1904 (gelöscht); brit. P. 25 296¹⁹⁰⁴; franz. P. 356 404; österr. P. 28 290; Ver. St. Amer. P. 836 788.

Es ist beobachtet worden, daß Kasein mit einer ganz bestimmten Menge Wasser und einer in diesem löslichen Base bei gewöhnlicher Temperatur, besser aber beim Erwärmen dicke, fadenziehende Lösungen gibt, die durch mehr oder weniger feine Öffnungen in ein Säurebad gepreßt oder aus entsprechender Höhe in ein solches fallen gelassen, zusammenhängende Fäden geben, welche sich leicht auf eine Walze aufspulen und trocknen lassen und nach Behandlung mit Formaldehyd das fertige Produkt darstellen. Die Fäden können dann zwecks Herstellung von Zwirnen, Gespinsten, künstlichen Roßhaaren u. dgl. allen den Behandlungen unterworfen werden wie die natürlichen und aus anderen Stoffen künstlich hergestellten Textilfäden, sie sind weniger brennbar als alle aus Zellulose nach anderen Verfahren erzeugten. Als alkalische Flüssigkeiten kommen alle in Wasser löslichen Basen in Betracht, z. B. Kalilauge, Natronlauge, Ammoniak, Kalkhydrat, Amin- oder Ammoniumbasen; selbstredend bedarf es bei den fertigen Verbindungen dieser Basen mit Kasein nur der nötigen Menge Wasser. Die Menge der zu einer fadenziehenden Lösung nötigen Basen wie auch die des Wassers ist bei den Handelskaseinen infolge ihrer verschiedenen Herstellungsart verschieden und richtet sich auch nach dem Wassergehalt und der Reinheit des zur Verwendung gelangenden Kaseins; je reiner das Produkt, desto weniger Base ist nötig, die Menge dieser wird bei einiger Übung leicht durch Vorproben gefunden. Als Fällflüssigkeiten kommen alle Säuren in Betracht, die mit den obigen Basen oder der für den bestimmten Fall angewendeten lösliche Salze bilden. Der Grad der Konzentration des Säurebades kann beliebig gewählt werden; jedoch empfiehlt es sich, die käuflichen Säuren zu verdünnen. Hierzu kann Wasser, besser aber irgendeine leichte Flüssigkeit, z. B. Methylalkohol, Äthylalkohol u. dgl., genommen werden zu dem Zwecke, daß die das Bad passierenden Fäden leicht benetzt werden und untersinken; auch kann dem so bereiteten Bade sogleich Formaldehyd hinzugefügt werden. Den ein solches Bad durchlaufenden Fäden aus basischen Kaseinlösungen werden durch die Säuren die die Lösung bewirkenden Basen entzogen, so daß zunächst Fäden aus reinem Kasein entstehen. Diese geben an den Alkohol einen großen Teil ihres Wassergehaltes ab und werden durch den Formaldehyd denaturiert.

Beispiele: 1. 100 g reines, in Alkali klar lösliches Handelskasein werden zerrieben, allmählich 320 g Wasser hinzugerührt, dann 20 g 10%ige Ammoniakflüssigkeit und auf dem Dampfbade so lange erhitzt, bis eine klare Lösung entstanden ist. Nach dem Erkalten kann man

diese Lösung durch sehr feine Öffnungen mittels Druck pressen oder aus einer Höhe von 20—50 cm durch Öffnungen, die bis 6 mm weit sein können, oder unmittelbar aus einem offenen Gefäß in ein Bad fallen lassen, das aus 100 g roher Salzsäure, 100 g Formaldehydlösung und 400—600 g Spiritus besteht, aus dem die Fäden dann, wie bekannt, versponnen werden.

2. 100 g trübes, in Alkali lösliches Kasein werden wie vorher mit 400—500 g Wasser und 200 g Ammoniakflüssigkeit behandelt. Fällbad: 50 g rohe konz. Schwefelsäure, 100 g Formalin, 400—800 g Spiritus.

3. 10 l Magermilch werden mit so viel Säure versetzt, bis beim Erwärmen alles Kasein ausgefallen ist. Dieses wird dann auf einem Tuche gesammelt und gewaschen. Nach dem Abtropfen bringt man die schwammige, feuchte Masse in eine Abdampfschale, gibt 700 g Ammoniakflüssigkeit hinzu und erhitzt auf dem Wasserbade, bis die Lösung erkaltet die nötige fadenziehende Konsistenz hat. Fällbad: 50 g Eisessig, 400—800 g Spiritus. Die Fäden werden nach dem Trocknen mit Formaldehyd behandelt und erneut getrocknet.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden für Haare und Gewebe aus Kasein, dadurch gekennzeichnet, daß letzteres in einer alkalischen Flüssigkeit gelöst und dann in Form dünner Fäden in ein Säurebad gepreßt oder in ein solches Bad fallen gelassen wird.

Die franz. Patentschrift 356 404 beschreibt noch die Fällung von Lösungen des Kaseins in Säuren und Salzen sowie in Glycerin und Wasser. In letzterem Falle dient Alkohol als Fällmittel.

803. Dr. Fr. Todtenhaupt, Dessau. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden für Haare und Gewebe.

D.R.P. 178 985 Kl. 29 b vom 22. IX. 1905 (gelöscht), Zus. z. P. 170 051.

Das Verfahren des Hauptpatentes (s. vorstehend) besitzt den Nachteil, daß die durch die Behandlung der basischen Fäden mit Säuren in den entstandenen Kaseinfäden gebildeten Salze sich sehr schwer auswaschen lassen. Werden diese Salze aber nicht vollständig entfernt, so sind die Fäden nach dem Trocknen brüchig. Dies kann zwar durch einen Zusatz von Glycerin u. dgl. zur Spinnlösung vermieden werden, doch sind die Fäden dann weniger wasserfest.

Es hat sich nun gezeigt, daß das Auswaschen der Fäden durch einen Zusatz von Zellulose ganz bedeutend erleichtert wird. Dieser Zusatz geschieht in der Weise, daß man sich eine Lösung von Zellulose mittels irgendeines der für diese gebräuchlichen basischen Lösungsmittel (z. B. Kupferoxydammoniak) oder eine Lösung von Viskose herstellt und entweder die fertige dicke Lösung der fertigen Kaseinlösung zusetzt oder in einer mehr oder weniger verdünnten Zelluloselösung so viel Kasein mit Hilfe der nötigen Menge von Basen löst, bis man eine fadenziehende Flüssigkeit erhält. Die bekannten Zelluloselösungen lassen sich mit der Kaseinlösung leicht in jedem Verhältnisse mischen, vorausgesetzt, daß zu deren Herstellung die gleiche Base verwendet wird. Für vorliegenden Zweck und um die billige und leicht herzustellende Kaseinspinnlösung

nicht unnütz zu verteuern, genügt ein Zusatz von 5–10% trockener Zellulose, auf das trockene Kasein berechnet. Nach dem Trocknen erlangen derart hergestellte Fäden eine große Festigkeit und Elastizität, besonders auch beim Anfeuchten mit Wasser. Durch dieses Verfahren ist man in der Lage, elastische, nicht brüchige Fäden selbst von der Stärke eines Roßhaares herzustellen, was aus reinem Kasein nach dem Verfahren des Hauptpatentes nur sehr schwer möglich ist.

Patentanspruch: Ausführungsform des Verfahrens nach Patent 170 051, dadurch gekennzeichnet, daß die dort beschriebene Kaseinlösung mit Lösungen von Viskose oder Zellulose in basischen Lösungsmitteln versetzt wird.

804. Dr. Fr. Todtenhaupt, Harburg, Elbe. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden.

D.R.P. 203 820 Kl. 29b vom 14. XII. 1907 (gelöscht), Zus. z. P. 170 051.

In der Patentschrift 170 051¹⁾ ist ein Verfahren beschrieben, nach dem aus alkalischen Kaseinlösungen durch Fällen mit Säuren künstliche Fäden verschiedener Stärke als Ersatz für Naturseide und Naturhaare hergestellt werden können. Bei der Herstellung dieser Lösungen mittels Basen zum Zwecke ihrer Verarbeitung auf Fäden ist besonders zu beachten, daß die Lösungen genügend viskos, d. h. fadenziehend sind, was man bisher nur bei wäßrigen Lösungen erreichen konnte. Je nach der Reinheit des benutzten Kaseins waren dabei auf 1 T. trockenes Kasein immerhin 3, 4–7 T. Wasser nötig. Das Vorhandensein dieser Wassermengen in den Spinnlösungen hat den Nachteil, daß das daraus in Fadenform gefällte Kasein ebenfalls sehr wasserhaltig ist, und daß die erhaltenen Fäden beim Trocknen aneinander festkleben, ein Übelstand, der nur bei Beobachtung besonderer Vorsicht vermieden werden kann. Nun ist es zwar bekannt, daß heißer Alkohol Kasein in geringer Menge löst. Derartige Lösungen sind indessen nicht fadenziehend dick, sondern sehr dünn, und nach dem Erkalten nicht viskos, sondern gelatinös, so daß an ihre Verarbeitung auf Fäden nicht zu denken ist.

Demgegenüber haben Versuche ergeben, daß die im Handel befindlichen reinen, in Wasser mehr oder weniger klar löslichen Kaseine, insbesondere die mittels Ätzalkalien oder basischer Salze gereinigten oder auch nur mit diesen behandelten Kaseine, mit Basen oder basischen Salzen und Wasser bei Zusatz von Alkoholen oder deren Gemischen dickflüssige Lösungen geben, die sich vorzüglich verspinnen lassen, weil sie weit viskoser als die rein wäßrigen Lösungen sind. Ersetzt man in einer der in der Patentschrift 170 051 beschriebenen Lösungen 5–10% des Wassers durch irgendeinen Alkohol, so ist die Lösung zum Spinnen viel zu dünn; man muß vielmehr den Wassergehalt erst erheblich herabsetzen, um eine brauchbare Lösung zu erzielen. Bei passender Wahl der Alkoholmenge, z. B. 80 T. Alkohol auf 20 T. Wasser, kann man mit Leichtigkeit Lösungen herstellen, die auf 1 T. Kasein nur 1,5 T. Flüssigkeit enthalten. Das Verhältnis zwischen Alkohol und Wasser kann im übrigen verschieden gewählt werden; es richtet sich sowohl nach dem

¹⁾ Siehe S. 646.

zu verarbeitenden Kasein als auch nach der Verspinnungstemperatur; es kann leicht jeweilig durch Vorversuche festgestellt werden. Aus derart hergestellten Lösungen gelingt es ohne weiteres, durch Fällen mit Säuren oder sauren Salzen Fäden von großer Feinheit herzustellen, die sich bündelweise vereinigen und ohne aneinanderzukleben unmittelbar auf den Walzen trocknen lassen.

Patentanspruch: Ausführungsform des Verfahrens gemäß Patent 170 051, dadurch gekennzeichnet, daß zur Herstellung von Kunstfäden wäßrig-alkoholische Kaseinlösungen verwendet werden.

805. Dr. Fr. Todtenhaupt, Dessau. Verfahren zur Herstellung von künstlicher Seide und künstlichen Haaren aus Kasein.

D.R.P. 183 317 Kl. 29b vom 6. IV. 1906 (gelöscht); österr. P. 28 290.

Es ist bekannt, daß sich Kasein in vielen Säuren, besonders wenn sie möglichst konzentriert sind, auflöst. Aus diesen Lösungen wird das Kasein meistens beim Verdünnen mit Wasser ausgefällt. Die so zubereiteten Lösungen sind jedoch nicht fadenziehend und können mithin auch keine fadenartigen Gebilde beim Ausfällen geben. Es ist trotzdem versucht worden, Fäden aus Kasein in der Weise herzustellen, daß man das Kasein in Eisessig löst und diese Lösung in feinem Strahle auf ein fortlaufendes Band fallen läßt, auf welchem sie so weit getrocknet werden, daß sie abgenommen und aufgespult werden können. Diese Art der Herstellung hat sich jedoch nicht bewährt und ist verlassen worden.

Es hat sich nun gezeigt, daß man unter Zuhilfenahme von Chlorzink als Lösungsmittel eine sehr gut fadenziehende Lösung von Kasein erhält, die, in ein Fällbad gepreßt, zusammenhaltende, nicht aneinanderklebende Fäden liefert, welche sich gut aufwickeln lassen und nach der bekannten Behandlung mit Formaldehyd allen Verarbeitungsweisen genau so unterworfen werden können wie natürliche Seide und nach anderen bekannten Verfahren hergestellte Textilfäden. Man kann zur Ausführung des Verfahrens sowohl das frisch aus der Milch mittels Lab oder Säuren gefällte Kasein als auch jedes beliebige Handelskasein verwenden. Bei Benutzung von frisch gefälltem Kasein setzt man ihm zweckmäßig trockenes Chlorzink zu; bei trockenem Handelskasein nimmt man besser konzentrierte Chlorzinklösungen und erwärmt dann auf dem Dampfbade, bis eine vollständig klare oder schwach opalisierende Lösung entstanden ist, der man beliebig Glyzerin, Farbstoffe od. dgl. zufügen kann. Die Menge des Chlorzinks ist, besonders wenn man das trockene Handelskasein benutzt, je nach dessen Herstellungsart und Reinheit verschieden. Im Durchschnitt sind zur Bereitung einer brauchbaren Lösung auf 10 T. trockenes Kasein 5–8 T. Chlorzink und 10–20 T. Wasser nötig. Als Fällbad kann man reines Wasser benutzen, aber auch verdünnte Säuren oder Basen oder Salzlösungen; ebenso lassen sich verdünnter Methylalkohol, Äthylalkohol oder ähnliche leichte Flüssigkeiten verwenden. Die Behandlung mit Formaldehyd geschieht entweder im Fällbade selbst, indem man ihn diesem von vornherein zusetzt, oder nachher mit flüssigem oder gasförmigem Formaldehyd.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlicher Seide und künstlichen Haaren aus Kasein, dadurch gekennzeichnet, daß Kasein mittels Chlorzink zu einer fadenziehenden Lösung verarbeitet und dann in bekannter Weise in Form dünner Fäden in ein Fällbad gepreßt oder in ein solches Bad fallen gelassen wird.

Nach Jannin.

806. L. E. Jannin. Herstellung künstlichen Haares aus Gelatine.
Franz. P. 342 112.

Ein Gemisch aus etwa 1 kg Gelatine, 1 l Wasser und 100 g Glycerin wird bei 80–100° aus Spinnöffnungen von gewünschter Größe ausgepreßt und der Faden durch Formaldehyd oder Chromalaun unlöslich gemacht. Die Masse wird vor dem Spinnen in dem gewünschten Tone gefärbt.

Nach dem

807. Zusatzpatent 7824

werden nur 20 g Glycerin verwendet. Das Trocknen wird zur Erzielung von Haaren für Bürstenfabrikation unter Spannung und zur Herstellung von Polstermaterial ohne Spannung vorgenommen.

Nach Société anonyme pour l'étude industrielle de la soie Serret.

808. Société anonyme pour l'étude industrielle de la soie Serret. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 354 336.

Seide, Spinnerei- oder Webereiabfälle oder andere Seidenreste werden in einer Säure, einem Alkali oder einem Salz unter Bedingungen aufgelöst, daß noch keine Veränderung der Seidensubstanz eintreten kann. Bei Verwendung von Säure z. B. neutralisiert man sofort nach erfolgter Auflösung, oder man verdünnt mit Wasser oder bringt auf 0°. Die Seidenlösung wird in bekannter Weise zu Fäden versponnen.

Nach Chatelineau und Fleury.

809. H. C. M. L. Chatelineau und A. A. R. Fleury. Plastisches und transparentes Produkt zur Herstellung von Fäden, Häutchen usw.

Franz. P. 354 942.

Die Masse besteht im wesentlichen aus Kasein und Phenolen, wie Phenol, Kresol, Guajakol, die rein oder in Mischungen mit anderen Körpern, die sich darin lösen und gelöst bleiben, angewendet werden können. Auch können Farbstoffe und Körper, welche die Elastizität erhöhen, zugesetzt werden. Für künstliche Seide mischt man z. B. 3 Gwte. Karbolsäure mit 1 Gwt. Kasein, läßt nach dem Durchrühren 24 Stunden stehen, erhitzt dann $\frac{1}{2}$ Stunde auf dem Wasserbade und erhält eine flüssige, klare Masse, die sich auf Fäden verarbeiten läßt. Zur Erhöhung der Festigkeit und Elastizität können der flüssigen Masse Zellulosenitrate, -hydrate oder -acetate zugesetzt werden.

Nach Timpe.**810. H. Timpe.** Herstellung von Textilfäden usw. aus den Proteinkörpern der Milch.

Franz. P. 356 508.

Kasein oder das durch Labgerinnung gewonnene Parakasein werden mit Aceton angerührt und durch Alkali in Lösung gebracht, oder man löst erst und gibt dann in Aceton. Die Mischung wird erhitzt, bis sie stark zu schäumen beginnt, dann läßt man sie stehen und trennt den gebildeten Niederschlag, z. B. durch Zentrifugieren oder im Scheidetrichter ab. Die Lösung wird durch Verdunstung und Abkühlung konsistent, beim Erwärmen wird sie wieder klar und kann dann auf Fäden verarbeitet werden. Unlöslich gemacht werden die Fäden durch Formaldehyd oder dessen Dämpfe.

811. Dr. H. Timpe, Braunschweig. Verfahren zur Herstellung einer plastischen Masse für Kunstseide und andere geformte Gebilde.

D.R.P. 275 016 Kl. 29b vom 5. X. 1913 (gelöscht).

Es ist bekannt, daß Kasein beim Behandeln mit Ammoniak oder Alkalien eine zähe, fadenziehende Masse bildet, die jedoch nach dem Trocknen hart und spröde wird und daher eine technische Verwertung, insbesondere zur Herstellung von Kunstfäden, nicht zuläßt. Ebenso verhalten sich die nach den verschiedenartigsten Verfahren gereinigten oder vorbereiteten Kaseine, die Albumine und andere Eiweißkörper. Es ist dieses eine Eigenschaft, die den eigentlichen Eiweißkörpern allgemein zukommt und in deren chemischer Konstitution begründet ist. Um ein dem Fibroin der Seidenraupe in physikalischer Hinsicht ähnliches Produkt zu erhalten, wird man daher höchstens auf Zersetzungsprodukte der Eiweißkörper angewiesen sein. Durch die Einwirkung verdünnter Laugen auf Eiweißkörper werden letztere in die verschiedenartigsten Spaltungsprodukte zerlegt, wobei die Konzentration der Lauge und die Temperatur für die Endprodukte von wesentlicher Bedeutung sind.

Nach dem Verfahren, welches den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet, wird ein Produkt von genügender Festigkeit und Geschmeidigkeit erhalten, welches an sich ohne vorherige Behandlung mit Ammoniak eine in der Wärme plastische Masse bildet, welche sich zu feinen Fäden ausziehen läßt, dabei nicht klebt, so daß sich die Fäden sofort in ununterbrochenem Betriebe weiterverarbeiten lassen. Wird frische Magermilch bei gewöhnlicher Temperatur mit so viel konzentrierter Natronlauge schnell vermischt, bis der Gehalt der Milch an Natronhydrat mindestens 2% beträgt, so gerinnt die Milch sogleich zu einer körnigen Gallerte, die sich sehr leicht filtrieren läßt. Der in dem Filtrat enthaltene Eiweißkörper, welcher mittels verdünnter Säure gefällt wird, bildet den Ausgangspunkt für die Herstellung der plastischen Masse. Wird dieser Eiweißkörper, der seinem Verhalten nach als ein Alkalialbuminat zu bezeichnen ist, nach vorheriger Reinigung wieder in etwa 3%iger Natronlauge gelöst und bei einer Temperatur von 18

bis 20° etwa 8 Stunden stehen gelassen, so scheidet sich nochmals aus der Lösung ein geringer Bodensatz ab. Aus der Lösung aber scheidet sich durch Fällen mit verdünnten Säuren ein zusammenhängendes festes Produkt ab, welches beim Erhitzen zäh elastisch wird und sich zu langen feinen Fäden ausziehen läßt. Eine besondere Zähigkeit erlangt aber das Produkt, wenn die alkalische Lösung vor der Fällung noch mit etwa $\frac{1}{4}\%$ einer Wasserstoffsuperoxydlösung behandelt wird. Ist die Temperatur höher als 20°, so geht die Umwandlung schneller vor sich, bei tieferen Temperaturen dagegen entsprechend langsamer.

Der Gang des Verfahrens ist daher folgender: Frische Magermilch wird bei gewöhnlicher Temperatur mit so viel konzentrierter Alkalilauge vermischt, daß der Gehalt an Natronhydrat 2% beträgt oder die äquivalente Menge von Kaliumhydroxyd. Sobald diese Konzentration erreicht ist, gesteht die Milch augenblicklich zu einer körnigen Gallerte, die sogleich filtriert wird. Die Filtration muß sehr schnell geschehen, da sich sonst die alkalische Lösung gelb bis braun färbt und das daraus gewonnene Eiweiß nicht nur dieselbe Farbe annimmt, sondern auch in seinen sonstigen Eigenschaften verändert wird. Das Filtrat wird daher schnell mittels Säure neutralisiert, wodurch das Albuminat ausfällt. Dieses wird mit warmem Wasser gewaschen, bis das Waschwasser keine merklich saure Reaktion mehr zeigt, und alsdann wieder in etwa 3%iger Alkalilauge gelöst, wodurch sich nunmehr auch bei längerem Stehen keine Gelbfärbung mehr zeigt. Diese alkalische Albuminatlösung läßt man bei einer Temperatur von 18–20° etwa 8 Stunden stehen, bei höherer Temperatur kürzere Zeit, bei tieferer Temperatur länger, bis das durch Säuren gefällte Produkt eine beim Erwärmen plastische, fadenziehende Masse bildet, wovon man sich von Zeit zu Zeit durch eine Probe überzeugt. Die Lösung wird sodann durch Säure gefällt, nachdem diese vorher mit etwa $\frac{1}{4}\%$ einer verdünnten Wasserstoffsuperoxydlösung vermischt war. Bei der Fällung wird sich infolge der durch die Neutralisation bewirkten Temperaturerhöhung das Fällungsprodukt zusammenballen und leicht von der sauren Flüssigkeit trennen lassen. Die plastische Masse wird dann noch durch Waschen und Kneten mit warmem Wasser von anhaftender Säure befreit und kann dann sogleich im erhitzten Zustande zu Fäden ausgezogen oder in Formen gepreßt werden. Nach dem Erkalten ist die geformte Masse fest und wird dann noch mit Formaldehyd oder sonstigen unlöslich machenden Stoffen in bekannter Weise behandelt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung einer plastischen Masse für Kunstseide und andere geformte Gebilde, dadurch gekennzeichnet, daß Magermilch durch Zusatz von etwa 2% Alkali zersetzt, aus der durch Filtrieren erhaltenen klaren Lösung das Eiweiß durch verdünnte Säuren gefällt, gewaschen und durch andauernde Einwirkung einer etwa 3%igen Alkalilauge bei bestimmter Temperatur in eine zähe, fadenziehende Masse verwandelt wird, welche aus der alkalischen Lösung durch Säuren gefällt, geformt und auf bekannte Weise durch Einwirkung von Formaldehyd, Chromsalzen oder ähnlich wirkenden Körpern unlöslich gemacht wird.

Nach Bernstein.**812. H. Bernstein, Philadelphia.** Herstellung künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 712 756.

Es werden 6,5 T. Gelatine und 3 T. der beim Abkochen von Rohseide erhaltenen Flüssigkeit (Seidenleim, Bastseife) gut gemischt, etwa 1 Stunde auf ungefähr 50° erhitzt; danach wird die Masse durch Düsen ausgepreßt. Die erhaltenen Fäden trocknen schnell und werden gewirnt und aufgespult. Um sie unlöslich zu machen, werden sie mit Formaldehyddämpfen behandelt und sind dann fertig zum Gebrauch. Sie können in geeigneter Weise gefärbt werden. Dickere Fäden können als Roßhaarsersatz verwendet werden.

Nach Helbronner und Vallée.**813. Dr. A. Helbronner und E. Vallée, Paris.** Verfahren zur Herstellung von löslichem Ossein.

D.R.P. 197 250 Kl. 29b vom 1. X. 1905 (gelöscht); österr. P. 40 163; franz. P. 361 796; schweiz. P. 41 005.

Das Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß man Ossein bei Temperaturen nicht über 60°, am besten bei gewöhnlicher Temperatur, mit Alkalilauge behandelt. Die Zeitdauer der Einwirkung richtet sich nach dem Konzentrationsgrade der verwendeten Alkalilauge. Man erhält schließlich eine durchsichtige, gleichmäßige Masse, die für sich oder nach dem Auflösen in geeigneten Lösungsmitteln verwendbar ist.

Beispiel: 1 kg in kleine Stücke zerkleinertes Ossein wird zunächst der Einwirkung einer Schwefligsäurelösung während ungefähr 12 Stunden unterworfen. Diese Behandlung hat den Zweck, das Ossein zu bleichen und es von einem etwaigen Kalkgehalt zu befreien. Durch Auswaschen mit fließendem Wasser werden die löslichen Stoffe entfernt und die feuchte Masse dann mit Natronlauge, zweckmäßig aus 5 l Wasser und 800 g Natron von 30%, behandelt. Die Behandlung dauert ungefähr vier Tage bei gewöhnlicher Temperatur, darauf wird die Masse innig vermischt, um die Klümpchen, die sich etwa gebildet haben, zu beseitigen, filtriert und von den Gasblasen, die sie enthält, befreit. Das entstandene Produkt löst sich in Wasser, Lösungen von Ätzalkalien oder Alkalikarbonaten, wäßrigen Ammoniaklösungen, Essigsäure, ammoniakalischen Lösungen von Metalloxyden u. dgl. Es unterscheidet sich von der Gelatine dadurch, daß es auch in kaltem Wasser löslich ist. Löst man das umgewandelte Ossein in der Schweizerschen Flüssigkeit (Lösung von Kupferoxydammoniak) auf, so kann man der erhaltenen Lösung Zellulose zusetzen, da sie bekanntlich in der Schweizerschen Flüssigkeit löslich ist. Auf diese Weise erzielt man ein technisch verwertbares Gemisch aus einem Eiweißkörper und aus Zellulose¹⁾. Die Ammoniaknickellösung des Osseins, welche die Einführung von natürlichen Seidenabfällen gestattet, führt ebenfalls zu einem neuen, in der Fabrikation künstlicher Fäden oder Fasern verwendbaren Produkt.

¹⁾ Vgl. hierzu Nr. 224, S. 204; Nr. 539 u. 540, S. 474; Nr. 803, S. 647.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von löslichem Ossein zwecks Gewinnung von Lösungen, die zur Erzeugung von künstlichen Fäden, Filmen, plastischen Massen oder ähnlichen Gegenständen sowie zur Imprägnierung von Geweben oder Papieren Verwendung finden sollen, dadurch gekennzeichnet, daß Ossein bei Temperaturen nicht über 60° mit Alkalilauge behandelt und darauf gegebenenfalls in geeigneten Lösungsmitteln, z. B. Wasser, Ätzalkalien, Alkalikarbonaten, wäßrigen Ammoniaklösungen, Essigsäure, ammoniakalischen Lösungen von Metalloxyden u. dgl., gelöst wird.

814. Dr. A. Helbronner und E. Vallée, Paris. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fasern, Platten, Formstücke, plastischer Gegenstände, Überzüge u. dgl. aus Lösungen mit Alkalien nach dem Verfahren des Patents 197 250 behandelten Osseins. D.R.P. 202 265 Kl. 29 b vom 1. X. 1905 (gelöscht); österr. P. 40 676; schweiz. P. 41 555.

In der Patentschrift 197 250 (s. vorstehend) ist ein Verfahren beschrieben, nach dem das Ossein mittels Alkalien in ein neues Produkt übergeführt werden kann, das sich in Wasser, in Lösungen von Ätzalkalien oder Alkalikarbonaten, in Säurelösungen, in ammoniakalischen Lösungen von Metalloxyden (Kupfer-, Nickel-, Silber-, Quecksilber- usw. -oxyden), in mit Glycerin versetztem Kupfervitriol, in erwärmtem und konzentriertem Chlorzink usw. auflöst.

Gemäß vorliegender Erfindung sollen diese Lösungen für praktische Zwecke verwendbar gemacht werden, indem man sie ausfällt oder zum Gerinnen bringt. Dieses Ausfällen oder Koagulieren kann durch eine Anzahl anorganischer oder organischer Stoffe, beispielsweise gewisse neutrale oder saure Metallsalze, wie Ammoniumsulfat, Chlorzink, Kupfervitriol, die alkalischen Persulfate, mit Gerbsäure oder Oxalsäure versetztes Chlornatrium, Alkohol, Aceton, Gerbsäure usw., zustande gebracht werden, wobei diese Stoffe entweder einzeln oder im Gemisch miteinander Verwendung finden können. Auf diese Weise kann man z. B. künstliche Fasern oder Fäden dadurch erhalten, daß man die zu koagulierenden Lösungen durch Zieheisen, Spritzdüsen o. dgl. hindurch in die Fällflüssigkeit eintreten läßt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Fasern, Platten, Formstücke, plastischer Gegenstände, Überzüge u. dgl. aus Lösungen mit Alkalien nach dem Verfahren des Patents 197 250 behandelten Osseins, dadurch gekennzeichnet, daß man diese Lösungen nach der Formgebung mittels neutraler oder saurer Metallsalze, wie Ammoniumsulfat, Chlorzink, Kupfervitriol, mittels alkalischer Persulfate, Gerbsäure, mit Gerbsäure oder Oxalsäure versetzten Chlornatriums oder mittels organischer Flüssigkeiten, wie Alkohol und Aceton, zum Gerinnen bringt, wobei die Gerinnungsmittel einzeln oder in Gemischen verwendet werden können.

Nach dem schweizerischen Patent wird durch Zusatz von Farbstoffen zu der zu verarbeitenden Osseinlösung ein gefärbter Faden erzielt.

Über Fäden aus Knochenfaser s. J. R. Hunter, brit. P. 2441 und 2455¹⁹⁰⁵.

Nach Follet und Ditzler.**815. P. Follet und G. Ditzler, Verviers.** Verfahren zur Herstellung von Fäden aus reinem Fibroin.

D.R.P. 211 871 Kl. 29b vom 6. XI. 1906 (gelöscht); franz. P. 382 859; brit. P. 22 753¹⁹⁰⁷.

Die Erfindung hat ein Verfahren zur Herstellung von Fäden aus reinem Fibroin zum Gegenstande, bei dem ein besonderes Lösungsmittel benutzt wird, das gestattet, das Fibroin in sehr großer Menge (z. B. 25—30%) aufzulösen und infolgedessen besonders konzentrierte Lösungen herzustellen, mit deren Hilfe man imstande ist, Fäden zu erzeugen, die eine mit der Seide vergleichbare Elastizität besitzen, d. h. eine derartige Elastizität, die gestattet, die Fäden auch nach dem Erstarren bis zu dem gewünschten Feinheitsgrad auszuziehen. Das Verfahren ist im wesentlichen dadurch gekennzeichnet, daß reines Fibroin, das in bekannter Weise durch Degummieren von natürlicher Seide oder Seidenabfällen erhalten wird, in einer wäßrigen Lösung der durch Einwirkung von Ammoniakgas auf eine Lösung von Nickelsulfat erhaltenen violetten Kristalle unter Zusatz einer geringen Menge Natronlauge aufgelöst wird; die auf diese Weise erhaltene Lösung wird versponnen und in geeigneter Weise gefällt. Sie liefert elastische Fäden, die nunmehr ausgezogen werden, bis sie den gewünschten Feinheitsgrad erlangt haben, wobei gleichzeitig ihr Glanz und ihre Gleichförmigkeit erhöht werden.

Bei der praktischen Ausführung des Verfahrens verfährt man folgendermaßen: Die Seide oder die Seidenabfälle werden zunächst nach einem beliebigen bekannten Verfahren zwecks Entfernung der natürlichen oder von den Vorbehandlungen stammenden Verunreinigungen degummiert. Das erhaltene Produkt ist reines Fibroin, das gut gespült wird. Dieses Fibroin muß nunmehr in dem oben erwähnten besonderen Lösungsmittel aufgelöst werden. Um dieses Lösungsmittel herzustellen, leitet man Ammoniakgas in eine Lösung, die in 100 g Wasser ungefähr 20 g Nickelsulfat enthält. Während der Einwirkung des Ammoniakgases scheiden sich aus der Lösung kleine violette Kristalle ab, die man abtrennt und in 100 g Wasser auflöst. Man fügt der erhaltenen Lösung dann unter den angegebenen Mengenverhältnissen 3—4 g Natronhydrat zu. In diesem Lösungsmittel löst man das Fibroin auf; wie bereits angegeben, löst sich dieses in Mengenverhältnissen von 25—30% auf unter Bildung einer konzentrierten Lösung, die leicht versponnen werden kann. Man fügt der Lösung zweckmäßig 3—4 g Glycerin zu, filtriert und verspinnnt in üblicher Weise durch Fälen in verdünnter Schwefelsäure od. dgl. Die erhaltenen Fäden werden nach dem Erstarren allmählich ausgezogen, bis sie die gewünschte Feinheit erhalten haben. Sie können nach dem Waschen den weiteren gewöhnlichen Behandlungsweisen, z. B. dem Färben, Bleichen usw., unterworfen werden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus reinem Fibroin, dadurch gekennzeichnet, daß das Fibroin unter Zusatz einer geringen Menge Natronlauge in der wäßrigen Lösung der Kristalle aufgelöst wird, die durch Einwirkung von Ammoniakgas auf eine

Lösung von Nickel-, Kupfer- oder einem anderen gleichartigen Sulfat oder anderen Salzen dieser Metalle erhalten worden sind, worauf die so erhaltene konzentrierte Lösung von reinem Fibroin auf bekanntem Wege in Fäden übergeführt wird.

2. Ausführungsweise des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die nach dem Verfahren des Anspruches 1 hergestellten elastischen Fäden nach dem Erstarren stufenweise ausgezogen werden, bis sie in den gewünschten Feinheitsgrad übergeführt sind, unter gleichzeitiger Erhöhung des Glanzes und der Gleichförmigkeit des Fadens.

Nach Boistesselin und Gay.

816. H. du Boistesselin und Ch. Gay. Verfahren zur Herstellung einer animalischen Kunstseide.

Franz. P. 403 193.

Das Verfahren bezieht sich auf die Verarbeitung tierischer Albuminstoffe, wie Kasein, Fischgräten u. dgl. Es werden z. B. 10 g Kasein mit 600–800 g Natronlauge von 30–32° Bé behandelt. Das Kasein quillt und löst sich. Die Lösung wird mit Salzsäure, die auf das Zehnfache verdünnt ist, langsam neutralisiert, wobei jeder Überschuß an Säure vermieden wird. Man erhält ein weißes, halb durchsichtiges Produkt, das nach dem Pressen vollständig löslich in kaltem Wasser ist. Die Erfinder nennen dies Produkt „Kaseid“. Ferner werden Fischgräten zunächst durch Salzsäure von Mineralstoffen befreit, und zwar wird auf 1 kg Gräten ungefähr 1 kg Salzsäure von 22° Bé genommen, das mit Wasser auf 5° Bé verdünnt ist. Die Gräten werden dann mit kaltem Wasser gewaschen und durch Behandlung mit Dampf von vermindertem Druck von Ossein befreit. Danach wird mit Wasser von etwa 60° gewaschen und dann in der oben für Kasein angegebenen Weise weiterbehandelt. Das erhaltene Produkt wird „Fibrisin“ genannt. Eine Lösung von Kaseid oder Fibrisin in Wasser verspinnt sich sehr gut unter wenig erhöhtem Druck und wird durch starke Säuren, Eisenoxydsalze, Kochsalz usw. gefällt. Man erhält einen wasserfesten, nicht brüchigen Faden, der die Eigenschaften der Naturseiden besitzt.

Über künstliche Seide aus Fleisch s. Kunststoffe, 1. Jahrg. 1911, S. 220, und über die Verwendung von Eiweißstoffen bei der Herstellung von Kunstseide s. Fr. J. G. Beltzer, Lehnes Färber-Ztg. 1910, S. 364.

Nach Baumann und Diesser.

817. C. R. Baumann, Gavirate, Ital., und G. G. Diesser, Zürich. Verfahren zur Gewinnung von Seidenfibroin.

D.R.P. 230 394 Kl. 29b vom 22. XII. 1907 (gelöscht).

Zur Gewinnung des Seidenfibroins ist eine Reihe chemischer Mittel vorgeschlagen worden, die indessen bisher keine brauchbaren Ergebnisse geliefert haben, weil sie mehr oder weniger tiefgehende Spaltungen des Fibroins unter Bildung wasserlöslicher Produkte bewirken. Dies gilt im besonderen auch für die Essigsäure, die man zu diesem Zwecke empfohlen hatte.

Demgegenüber wurde nun gefunden, daß die Ameisensäure, obgleich sie der Essigsäure in chemischer Beziehung sehr nahesteht, sich hierbei unerwarteterweise ganz anders verhält. In ameisenaurer Lösung hält sich das Fibroin, namentlich dasjenige der ursprünglichen Drüse, in unverändertem Zustande. Eine derartige Lösung kann daher ganz im Gegensatz zu der essigsäuren z. B. zur Herstellung lackähnlicher und wasserbeständiger Überzüge benutzt werden. Das neue Lösungsmittel ist namentlich für dasjenige Fibroin geeignet, das der Drüse der Seidenraupe unmittelbar entnommen ist. Aus Rohseide gewonnenes Fibroin löst sich dagegen viel langsamer, und der Seidenfaden kommt in der Kälte wesentlich nur zum Quellen, während er in der Hitze rasch gelöst wird. Das Serizin bleibt beim Lösen der Drüse in Ameisensäure ungelöst als Schlauch zurück.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Gewinnung von Seidenfibroin, dadurch gekennzeichnet, daß man der Seidenraupe entnommene Spinn-drüsen mit Ameisensäure behandelt.

2. Verfahren zur Gewinnung von Seidenfibroin, dadurch gekennzeichnet, daß man Rohseide und Seidenabfälle in der Kälte oder bei höherer Temperatur der Einwirkung von Ameisensäure aussetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man fertige Gewebe aus Seide mit Ameisensäure behandelt, um durch oberflächliches Lösen des Fibroins und darauffolgende Entfernung der Ameisensäure die Zwischenräume zwischen Kett- und Schlußfäden mit Fibroin in festem Zustand auszufüllen.

818. C. R. Baumann, Gavirate, Ital., und G. G. Diesser, Zürich. Verfahren zur Gewinnung von Hautfibroin, Eiweißkörpern u. dgl.

D.R.P. 236 907 Kl. 29b vom 16. IX. 1908 (gelöscht), Zus. z. P. 230 394.

Zur Gewinnung des Seidenfibroins ist in der Patentschrift 230 394 (s. vorstehend) ein Verfahren beschrieben worden, das darauf beruht, daß Ameisensäure sich gegenüber den in Betracht kommenden Rohstoffen ganz anders, und zwar weitaus günstiger verhält als Essigsäure.

Es hat sich nun herausgestellt, daß das dort beschriebene Verfahren einer erheblich erweiterten Ausgestaltung und Anwendung fähig ist. Insbesondere wurde festgestellt, daß der Ameisensäure auch ein Lösungsvermögen für Hautfibroin zukommt. Wenn auch, wie bekannt ist, Essigsäure Hautfibroin sowie im allgemeinen Eiweißstoffe zu lösen vermag und essigsäure Eiweißlösungen u. U. unter Mitverwendung von Härtungsmitteln auf Fäden od. dgl. verarbeitet werden können, so könnten doch wegen der chemischen Einwirkung der Essigsäure auf jene Stoffe, die dadurch Spaltungen erfahren, zufriedenstellende Ergebnisse nicht erzielt werden. Demgegenüber ist das in Ameisensäure gelöste Eiweiß chemisch nicht gespalten. Verdunstet man derartige ameisen-säure Lösungen, so erhält man durchsichtige Filme, die vollständig wasserunlöslich sind, und zwar auch dann, wenn das Eiweiß vorher wasserlöslich war. Verdunstet man dagegen die analogen essigsäuren Lösungen auf einer Glasplatte, so erhält man krümelige, wasserlösliche Massen, die technisch wertlos sind. Bringt man getrocknete, entfettete

oder auch frische tierische Därme mit Ameisensäure zusammen, so quellen sie zunächst auf, um nach längerer Zeit vollständig in Lösung zu gehen. Hieraus lassen sich beim Verdunsten Häutchen gewinnen, die nach wie vor wasserunlöslich sind. Daraus kann geschlossen werden, daß die Ameisensäure, wenigstens in der Kälte, keine tiefer gehende Spaltung des Moleküls bewirkt. Es ist zweckmäßig, hierbei so zu verfahren, daß man den Darm anfangs nur mit einer geringen Menge Ameisensäure behandelt, bis er gequollen ist, und daß man nachher erst so viel Ameisensäure zugibt, daß Lösung erfolgt. Auch andere fibroinhaltige Teile tierischer Körper kann man auf die beschriebene Weise auf Lösungen verarbeiten.

Es hat sich weiter herausgestellt, daß Ameisensäure ganz allgemein Eiweißstoffe oder eiweißähnliche Stoffe zu lösen vermag, und daß dabei die an sich wasserlöslichen Verbindungen, z. B. Albumin, in wasserunlösliche Produkte übergehen, die in dieser Hinsicht dieselbe wertvolle Eigenschaft aufweisen wie das aus der ameisen-sauren Lösung beim Verdunsten wieder abgeschiedene Fibroin. Diese Eigenschaft der Ameisensäure ermöglicht die unmittelbare Herstellung von Kunstseide aus Eiweiß ohne Mitbenutzung von Formaldehyd. Hierbei verfährt man am besten so, daß man die Lösung in der Kälte herstellt, da in der Wärme auf die Dauer auch Ameisensäure tiefer gehende Spaltungen bewirkt. Aber auch in der Kälte darf man die Säure nicht zu lange einwirken lassen, weil sonst die nach dem Verjagen der Säure erhaltenen Rückstände Neigung zu Sprödigkeit zeigen. Um dem entgegenzuwirken, sind Zusätze von Glycerin, Kampfer, Schellack, Tragant, Agar-Agar, Gelatine oder auch Tannin in geringen Mengen angezeigt.

Beispiel. Man löst 100 g Eialbumin in 900 g konzentrierter Ameisensäure. Alsdann fügt man 0,1 g in Ameisensäure gelöstes Glycerin hinzu, wobei man zur Lösung 10 g konzentrierte Ameisensäure verwendet hat, und läßt auf dem Wasserbade verdunsten. Es sei bemerkt, daß man statt der angegebenen 10 g auch eine andere passend erscheinende Menge Ameisensäure verwenden kann. Ferner kann man statt des Glycerins auch Tragant, Agar-Agar, Gelatine od. dgl. benutzen.

Patentansprüche: 1. Ausführungsform des Verfahrens nach Patent 230 394, dadurch gekennzeichnet, daß man Hautfibroin oder fibroinhaltige Teile des tierischen Körpers oder sonstige Eiweißstoffe, insbesondere Albumin, mit Ameisensäure behandelt, wobei man die betreffenden Rohstoffe zweckmäßig erst in Ameisensäure quellen läßt und nachher Ameisensäure bis zur Lösung hinzufügt.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, darin bestehend, daß man zwecks Vermeidung von Nachteilen, die eine Einwirkung der Säure bei höherer Temperatur oder eine zu lange fortgesetzte Einwirkung der Säure hervorrufen, beim Auflösen des Fibroins usw. in der Ameisensäure geringe Mengen von Glycerin, Kampfer, Schellack, Agar-Agar, Gelatine mitverwendet.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 2, darin bestehend, daß man zur ameisen-sauren Lösung von Fibroin, Eiweißstoffen

und eiweißähnlichen Stoffen ameisensaure Lösungen anderer Stoffe, wie Glycerin, Kampfer, Schellack, Tragant, Agar-Agar oder Gelatine, zusetzt.

Nach Brosse.

819. P. Brosse, Paris. Künstliche Fäden.

Brit. P. 24 110¹⁹¹⁰.

Roßhaarartige Fäden, die für Polsterzwecke u. dgl. geeignet sind, werden dadurch erhalten, daß man eine Lösung von Leim in Wasser mit Alaun oder Formaldehyd versetzt und die pastenförmige Masse durch Druckluft aus engen Öffnungen auspreßt.

Nach Diesser.

820. G. Diesser, Zürich-Wollishofen. Verfahren zur Erhöhung der Elastizität der aus Lösungen von Albumin in Ameisensäure gewonnenen Körper.

D.R.P. 258 855 Kl. 29 b vom 31. V. 1912 (gelöscht); brit. P. 16 616¹⁹¹²; österr. P. 64 086; franz. P. 446 348.

Die aus den Lösungen von Albumin in Ameisensäure erhältlichen Produkte sind, wie bekannt, spröde. Bei Versuchen, durch geeignete Zusätze Elastizität zu erzielen, ergab sich die Tatsache, daß der Zusatz von Formaldehyd zur ameisensauren Lösung eine wesentlich erhöhte Elastizität des Endproduktes bedingt, während nach den bisher vorliegenden Erfahrungen über die Einwirkung von Formaldehyd auf Albumin eher das Gegenteil zu erwarten gewesen wäre. Unter Zusatz von Formalin aus Ameisensäure hergestellte Körper sind zähe, fest und hygroskopisch. In trockener Hitze verlieren sie ihre Feuchtigkeit, um sie sofort an der Luft wieder aufzunehmen. Die Hygroskopizität ist derart, daß auf einer empfindlichen Wage, die langsam schwingt, ein konstantes Gewicht kaum zu erzielen ist, eine Eigenschaft, welche die neuen Körper mit der echten Seide teilen, abgesehen von der auch sonst bestehenden Ähnlichkeit oder Gleichheit in färbereitechnischer Beziehung, in ihrer elektrischen Isolierfähigkeit usw. Daraus ergibt sich ohne weiteres der Verwendungszweck der neuen Produkte. Der ameisensauren Lösung des Albumins können natürlich zur Erzielung bestimmter Zwecke noch weitere Zusätze gegeben werden.

Beispiel 1. Man löst etwa 10 g Albumin in 90 g Ameisensäure von 90–100%, filtriert, fügt etwa 10 oder mehr Gramm Formalin hinzu, gießt auf eine Glasplatte aus, erhitzt auf dem Wasserbad, neutralisiert mit wenig Ammoniak und läßt das gebildete Häutchen an der Luft trocknen.

Beispiel 2. Man löst 10 g Kleber in 90 g konz. Ameisensäure, fügt Formalin, z. B. 10 g, zur Lösung, verjagt das Lösungsmittel und läßt den gebildeten Körper trocknen.

Patentanspruch: Verfahren zur Erhöhung der Elastizität der aus Lösungen von Albumin in Ameisensäure gewonnenen Körper, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die ameisensauren Lösungen des Albumins Formaldehyd, gegebenenfalls unter Beifügung anderer Zusätze, einwirken läßt.

821. G. G. Diesser, Zürich, Schweiz. Verfahren zum Lösen von Pflanzeneiweiß in Ameisensäure.

D.R.P. 260 245 Kl. 29b vom 26. VI. 1912 (gelöscht); brit. P. 16 615¹⁹¹²; österr. P. 62 460; franz. P. 446 349.

Zweck des vorliegenden Verfahrens ist die Gewinnung von in Wasser unlöslichen Fäden, Häutchen usw. mit Eiweißcharakter. Es ist bekannt, daß Ameisensäure tierisches Albumin, z. B. Eialbumin, ohne weitergehende Spaltung schon in der Kälte aufzulösen vermag. Wesentlich anders verhält sich das Pflanzenalbumin. So löst sich z. B. hochprozentiger Kleber nur schwer in Ameisensäure bei gewöhnlicher Temperatur. Er ist erst beim Erhitzen in vollständige Lösung zu bringen, wobei, je nach der Einwirkungsdauer der Ameisensäure, eine hell- bis dunkelbraune Färbung der Lösung entsteht. Aus diesen Lösungen lassen sich zwar auch wasserunlösliche Gebilde gewinnen, doch ist die Farbe störend; auch sonst zeigen so hergestellte Produkte nicht ganz die gleichen Eigenschaften wie die aus Eialbumin hergestellten.

Es hat sich ergeben, daß man diese Schwierigkeiten umgehen kann, wenn man den Kleber zunächst in einer alkalischen Flüssigkeit löst, ausfällt, auswäscht und dann erst mit Ameisensäure zusammenbringt. Die aus dieser Lösung zu erzielenden Häutchen sind in dünnen Schichten nahezu wasserhell, wasserunlöslich, hochglänzend und, namentlich bei Zusatz von Formalin, außerordentlich elastisch.

Beispiel. Man löst 65 g gewöhnlichen oder entfetteten Kleber in 2 l Natronlauge, beispielsweise 2 $\frac{1}{2}$ %iger, dekantiert, säuert bis zur schwach sauren Reaktion an, wäscht den entstandenen Niederschlag aus, entfernt den Überschuß von Wasser und löst in konzentrierter Ameisensäure, beispielsweise im Verhältnis 1 : 10, mit oder ohne Zusatz von Formaldehyd.

Patentanspruch: Verfahren zum Lösen von Pflanzeneiweiß in Ameisensäure, dadurch gekennzeichnet, daß man Kleber zunächst in alkalischer Flüssigkeit auflöst, durch Säuren fällt und dann den Niederschlag in Ameisensäure löst.

822. G. Diesser, Zürich. Verfahren, um dem aus der Lösung von Albumin in Ameisensäure erhältlichen Produkte elastische Eigenschaften zu verleihen.

Österr. P. 63 438.

Es ist bekannt, daß Albumin von Ameisensäure schon in der Kälte gelöst wird. Der beim Verdunsten der Säure verbleibende Rückstand ist wasserunlöslich, hat aber die Eigenschaft, beim Trocknen spröde zu werden. Man hat versucht, diesem Körper durch die verschiedensten Zusätze Elastizität zu geben. Dabei ergab sich, daß die Kondensationsprodukte aus Phenolen und Formaldehyd hierzu ganz besonders geeignet sind. Man versetzt z. B. 2 g einer 10%igen Lösung von Albumin in Ameisensäure (spez. Gew. 1,22) mit 1 Tropfen Phenol und 1 Tropfen einer kalt gesättigten Lösung von Oxalsäure in Ameisensäure (1,22). Man läßt die Ameisensäure verdunsten, z. B. durch Erhitzen, legt das abgezogene Häutchen zunächst bei Zimmertemperatur in Formalin, er-

hitzt hierauf während einiger Minuten und spült schließlich in kaltem Wasser längere Zeit nach. Die Mengenverhältnisse von Phenol, Oxalsäure, Formalin, auch die Versuchsanordnung, können abgeändert werden.

Zur Erhöhung der Elastizität der aus Lösungen von Fibroin, Albumin und eiweißähnlichen Stoffen in Ameisensäure gewonnenen Körper wird nach dem D.R.P. 236 302 Kl. 39 b vom 19. X. 1909 von Diesser, Zürich, Pentamethylendisulfin benutzt.

Nach Naamlooze Vennootschap Hollandsche Zyde Maatschappy.

823. Naamlooze Vennootschap Hollandsche Zyde Maatschappy, Amsterdam. Verfahren zur Herstellung einer plastischen Masse für künstliche Seide und sonstige geformte Gebilde aus Milch. D.R.P. 236 908 Kl. 29 b vom 24. VI. 1910 (gelöscht); franz. P. 431 052; brit. P. 14 266¹⁹¹¹ (Timpe); österr. P. 53 882; schweiz. P. 57 738; Ver. St. Amer. P. 1 087 700 (auch H. Timpe).

Das Bestreben, aus Eiweißkörpern seideähnliche Fäden herzustellen mit den den tierischen Fasern eigenen Vorzügen, ist bisher wenig erfolgreich gewesen. Die umfassendsten Versuche in dieser Richtung sind wohl mit Kasein und Kaseinpräparaten angestellt worden. Das entstandene Produkt war aber stets hart und spröde, und man erhielt keinen feinen Faden, wie er zur Erzeugung einer guten Seide nötig ist. Man konnte ihm wohl durch chemische Zusätze, wie Glyzerin u. dgl., etwas Geschmeidigkeit verleihen, aber das geschah wieder auf Kosten der Haltbarkeit. Es kamen also seither zur Erzeugung einer wirklich seidenartigen Faser Kaseinprodukte nicht in Frage.

Demgegenüber ergibt das vorliegende Verfahren eine vollständig seidenartige Faser von größter Feinheit und Festigkeit. Aus der Patentschrift 190 838 Kl. 53e ist bekannt, daß das Kasein der Kuhmilch durch die Einwirkung pyrophosphorsaurer Salze zersetzt wird. Ein Teil wird hierbei unlöslich abgeschieden. Der in Lösung verbleibende Teil bildet nun die Grundlage für das neue Verfahren. Dieses Spaltungsprodukt kann durch Reagenzien, die für die Fällung der Kaseine und Albuminate in Frage kommen, gefällt werden. Das entstandene Fällungsprodukt ist zur Herstellung feinsten seidenartiger Fäden vorzüglich geeignet, während der durch pyrophosphorsaure Salze unlöslich abgespaltene Körper zwar durch Ammoniak und Alkalien gelöst und in Fadenform gebracht werden kann, aber nur dicke Fäden und ein hartes, sprödes und daher unverwendbares Produkt ergibt. Die Abscheidung und Beseitigung dieses durch pyrophosphorsaure Salze erhaltenen unlöslichen und festen Spaltungsproduktes aus den Eiweißstoffen der Milch ist deshalb unbedingt erforderlich zur Erlangung eines elastischen Materials, welches neben großer Festigkeit die erforderliche Zähigkeit und Ausziehbarkeit besitzt.

Der Gang des Verfahrens ist folgender: Zu Milch, am zweckmäßigsten Magermilch, wird eine Lösung von pyrophosphorsaurem Salz langsam zugefügt, so daß auf 1 l Milch wenigstens 3 g trockenes pyrophosphorsaures Natron oder die äquivalente Menge eines anderen Pyrophosphates

kommen. Die Milch gerinnt hierbei und bildet anfangs eine Gallerte. Nach kurzem Stehen, besonders in der Wärme, scheidet sich aber der feste Körper von den Molken genügend ab, so daß eine Trennung beider möglich ist. Aus den Molken wird das in Lösung befindliche Eiweißspaltungsprodukt durch verdünnte Säuren oder ein anderes der bekannten Fällungsmittel abgeschieden und nach erfolgtem Abpressen der anhaftenden Flüssigkeit durch Zusatz geringer Mengen Ammoniak oder Alkali in eine zähe, plastische Masse übergeführt. Soll das Material zu Fäden geformt werden, so wird der durch Säuren gefällte Eiweißkörper erst mit Wasser ausgewaschen, in verdünnter Alkalilauge nochmals vollständig gelöst und nach dem Filtrieren der Lösung durch verdünnte Säuren gefällt. Das so gereinigte Produkt wird durch Pressen von Feuchtigkeit befreit und dann durch Zusatz geringer Mengen von Ammoniak oder Alkali in die plastische Form übergeführt. Diese Masse, welche sich zu feinsten Fäden ausziehen läßt, wird auf bekannte Weise geformt und durch Einwirkung von Formaldehyd oder durch ein anderes Mittel gehärtet.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung einer plastischen Masse für künstliche Seide und sonstige geformte Gebilde aus Milch, dadurch gekennzeichnet, daß die Eiweißkörper der Milch durch die Einwirkung pyrophosphorsaurer Salze in bekannter Weise zersetzt, hierauf in gleichfalls bekannter Weise das in Lösung verbliebene Eiweißspaltungsprodukt für sich ausgefällt, und daß dieses sodann entweder direkt oder nach nochmaliger Lösung und Fällung durch Zusatz von Ammoniak oder Alkali in die plastische Form übergeführt wird.

Nach Fuchs.

824. A.-F. Fuchs. Plastische Masse, die sich zu in Wasser unlöslichen, seide- oder haarähnlichen Fäden ausziehen läßt, und Verfahren zu ihrer Herstellung.

Franz. P. 433 956.

Die Masse wird gewonnen durch Einwirkung von Ammoniumsulfat auf Gelatine. In einem mit Dampfmantel versehenen Gefäß läßt man bei etwa 80–100° ungefähr 7 l Ammoniumsulfatlösung von 20% unter fortwährendem Umrühren auf 5 l Gelatinelösung von 10% einwirken. Es sammelt sich am Boden des Gefäßes eine plastische Masse an, die durch Dekantieren abgetrennt wird. Die überstehende Flüssigkeit, die noch Ammoniumsulfat enthält, wird auf dieses Salz verarbeitet. Die plastische Masse wird in einen zweiten Behälter gebracht, durch um den Behälter geleiteten Dampf flüssig gehalten und unter Druck durch ein Rohr, das in einer Spitze endigt, ausgepreßt. Die Spitze braucht nicht sehr fein zu sein; durch einen um sie gelegten Mantel, durch den Wasser geleitet wird, wird sie auf geeigneter Temperatur gehalten. Durch die Temperatur wird die Feinheit der gebildeten Fäden bestimmt. Der Druck, unter dem die plastische Masse austritt, wird durch Preßluft erzeugt. Der gebildete Faden läuft über eine Trommel und dann durch mehrere Bäder, in denen er wasserunlöslich gemacht wird, z. B. durch ein 1%iges Kalium- oder Ammoniumbichromatbad,

durch ein 1%iges Natriumbisulfitbad und schließlich durch eine 15%ige Ammoniumsulfatlösung. Ammoniumsulfat kann auch den vorhergehenden Bädern zugesetzt werden. Die erhaltenen Fäden können bei 100° getrocknet werden, ohne zu schmelzen. (2 Zeichnungen.)

Nach Lance.

825. D. Lance. Verfahren zur Herstellung von Fäden, Haaren, Häutchen, Bändern, Geweben, Gazen, Spitzen usw. aus reiner oder mit Zellulose versetzter Seide.

Franz. P. 435 156.

Es finden Lösungen von roher oder gebrauchter Seide in ammoniakalischer Zink-, Nickel- oder Kupferkarbonatlösung Verwendung, der Lösungen von Zellulose in ammoniakalischer Kupferlösung zugesetzt sein können. Gefällt werden die Fäden mit sauren Lösungen, z. B. verdünnter Salzsäure, die freies Chlor enthält, welches bleichend wirkt.

Nach dem

826. Zusatzpatent 15 008

werden diesen Lösungen pflanzliche oder tierische Eiweißstoffe, wie Gluten, Blutfibrin, Ossein usw., die in Wasser unlöslich sind, zugesetzt. Die Eiweißkörper werden wie die Seide oder Zellulose in ammoniakalischen oder Methylaminlösungen oder Mischungen davon zur Lösung gebracht in Gegenwart von Oxyden oder Karbonaten von Kupfer oder Nickel oder Mischungen dieser Metalle. Derartige Lösungen sind mit Seide oder Zelluloselösungen in allen Verhältnissen mischbar und sind wie jene durch Säuren fällbar. Da die Eiweißkörper und auch die Seide im gelösten und frisch gefällten Zustande leicht oxydierbar sind, so ist es zweckmäßiger, die Karbonate von Kupfer oder Nickel zur Herstellung der Lösungen zu benutzen als die Oxyde oder Hydroxyde; die damit hergestellten Lösungen verändern sich selbst bei Temperaturen von 15 bis 20° nicht. Aus demselben Grunde werden die sauren Bäder schwach angewendet, und zwar solche von organischen Säuren (Essig-, Zitronen-, Wein-, Milchsäure) oder von Mineralsäuren, besonders schwachen Säuren, wie Borsäure, Phosphorsäure, arsenige Säure usw. Mehrbasische Säuren kann man in Form saurer Salze anwenden. Bei den dem Fällen folgenden Maßnahmen bis zum Trocknen der Fäden muß in neutralem oder reduzierendem Mittel gearbeitet werden, um eine oxydierende Wirkung auszuschließen. Zu diesem Zwecke setzt man den Bädern reduzierende Stoffe, z. B. Methanal oder Äthanal, zu und verlängert ihre Einwirkung bis zur Beendigung des Trocknens.

Nach Galibert.

827. E.-M.-S. Galibert. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, Filmen und Häutchen aus gemischten, hochkonzentrierten Lösungen von Seidenabfällen aller Art und von Zellulose.

Franz. P. 440 846.

Die Löslichkeit natürlicher Seide in ammoniakalischem Kupferchlorür ist seit langem bekannt, aber eine Verwendung solcher Lösungen

zur Herstellung künstlicher Seidenfäden hat praktisch bisher nicht stattgefunden. Ferner ist die Löslichkeit von Zellulose in ammoniakalischem Kupferchlorür bekannt. Solche Lösungen von Seide und Zellulose sind nun im Gegensatz zu den mit ammoniakalischem Kupferoxyd bereiteten ohne Temperaturherabsetzung haltbar und können sehr konzentriert, mit einem Gehalt bis 50% an festen Stoffen, hergestellt werden. Stellt man einerseits eine Lösung in üblicher Weise, z. B. mittels Natriumkarbonat, Seifenwasser oder Nickelsalzen in ammoniakalischer Lösung entbasteter Seide in Kupferchlorürammoniak her und andererseits eine Lösung von Zellulose in demselben Lösungsmittel und mischt diese beiden Lösungen, so erhält man entweder eine viskose, klare, violettblaue Lösung oder sofort oder nach einigen Stunden eine vollkommene Fällung der Seide. Man muß die Menge Kupfersalz so berechnen, daß diese Fällung nicht eintritt und man eine spinnbare Lösung bekommt; die Seide und die Zellulose können zusammen oder getrennt gelöst werden. Das Serizin der Seide hindert die Auflösung und das Verspinnen nicht; die unvollkommen entbastete Seide wird getrocknet und mit so viel Zellulose gemischt, daß das Gemisch 14–17 Gewichtsprozent an Stickstoff enthält. Die Mischung wird mit Kupferchlorür allein oder in Mischung mit anderen Kupfersalzen getränkt, dann werden Kohlenhydrate oder mehratomige Alkohole im Verhältnis von 10–15% vom Gewicht der Zellulose zugesetzt, und schließlich wird Ammoniak zugegeben. Die erhaltene viskose, aber fließbare Lösung ist fertig zum Verspinnen auf den üblichen Maschinen, sie hält sich mehrere Wochen auch ohne Temperaturniedrigung unverändert.

828. E.-M.-S. Galibert. Neues Verfahren zur Herstellung löslicher Seide.

Franz. P. 441 606.

Entschälte oder nicht entschälte Seide quillt bekanntlich unter der Einwirkung von Alkalien beträchtlich auf und wird durchscheinend. Erhitzt man, so wird die Reaktion beschleunigt, und die Seide wird tiefgehend verändert. So behandelte Seide verbindet sich mit Schwefelkohlenstoff und liefert eine viskose Flüssigkeit, deren Viskosität proportional ist der Menge der verwendeten Seide und des zur Behandlung der Alkaliseide benutzten Schwefelkohlenstoffs. In dem Produkt liegt eine neue Verbindung und nicht eine einfache Lösung vor. Zur Ausführung des Verfahrens nimmt man rohe oder entbastete Seide und imprägniert sie mit Natronlauge, die 10–30 Gewichtsprozent Na_2O enthält. Nach 2–10stündigem Stehen mit oder ohne Rühren wird das Produkt abgepreßt oder abgeschleudert, so daß noch mindestens die gleiche Menge Alkalilösung in dem Produkte verbleibt. Dann wird das Produkt zerkleinert und mit flüssigem oder gasförmigem Schwefelkohlenstoff behandelt. Nach 2–4 Stunden, je nach der Temperatur, ist die Reaktion beendet, und das Produkt kann in Wasser gelöst werden. Die Lösung kann unter geeigneten Bedingungen zu feinen Fäden versponnen werden.

Nach Ubertin.**829. J. Ubertin, Bastia, Korsika.** Neues Verfahren zur Herstellung von Seide aus allen Arten von Stoffen.

Franz. P. 444 462.

Frisches Fleisch oder Fleisch von allen möglichen Säugetieren, Vögeln oder Fischen, tierische und pflanzliche Abscheidungen im frischen Zustande, Milch, Urin von allen Tieren, das Blut der Schlachthäuser, der Blutkuchen und das Serum, alle reifen Früchte und die grasigen Teile von Pflanzen, Blätter und Blüten, grasartige Pflanzen und auch anorganische Stoffe werden fein gepulvert und mit genau berechneten Mengen Wasser und Alkali oder Erdalkali in geschlossenen Gefäßen erwärmt. Die dicke Masse wird gut durchgerührt, damit Klumpenbildung vermieden wird, und durch Einleiten von Induktionsströmen elektrolysiert. Die Elektrolyse wird fortgesetzt, bis kein Niederschlag mehr zu sehen ist und die Flüssigkeit eine gleichmäßige Farbe angenommen hat, die der Farbe des verwendeten Stoffes in frischem Zustande entspricht. Dann werden mit feinen Spitzen aus Gold oder Platin von der Oberfläche der Flüssigkeit Fäden in senkrechter Richtung hochgezogen, die feiner als Spinnfäden sind und auf Haspeln, Spulen oder Walzen aufgenommen werden. Die Fäden werden dann abgewunden und je nach dem beabsichtigten Zwecke zu mehreren vereinigt.

Nach Sarason.**830. Dr. L. Sarason, Berlin-Westend.** Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden.D.R.P. 258 810 Kl. 29b vom 23. II. 1912 (gelöscht); belg. P. 249 325; schweiz. P. 59 641; brit. P. 21 586¹⁹¹²; österr. P. 62 968; franz. P. 448 429.

Nach vorliegendem Verfahren werden Lösungen von Alginsäure zur Herstellung von Kunstfäden benutzt. Es wurde gefunden, daß derartige Lösungen, die nach bekannter Arbeitsweise aus feinen Öffnungen in geeignete koagulierende Bäder gespritzt werden, zusammenhängende und verspinnbare Fäden ergeben, die als künstliche Seide, künstliches Roßhaar u. dgl. Verwendung finden können. Man bedient sich zweckmäßigerweise wäßriger Auflösungen der alginsäuren Alkalien mit einem Gehalt von etwa 10% an festen Bestandteilen. Als brauchbare Fällungsmittel haben sich u. a. Lösungen von Metallsalzen erwiesen und unter diesen wieder als die besten die löslichen Kalk-, Strontium- und Bariumsalze¹⁾. Besonders gute Ergebnisse erzielt man dadurch, daß man die koagulierenden Bäder bei erhöhter Temperatur (etwa 70–80°) einwirken und die Trocknung unter Spannung erfolgen läßt. Während durch die erhöhte Temperatur die Verspinnbarkeit begünstigt wird, bewirkt die Trocknung unter Spannung eine Herabsetzung des Quellungsvermögens des Endproduktes. Gegenüber den bisher geübten Verfahren besitzt das vorliegende u. a. den Vorzug der Einfachheit und Billigkeit.

¹⁾ Die britische Patentschrift 21 586¹⁹¹² nennt unter den Fällmitteln auch Zinksulfat und Kalialaun, die österr. Patentschrift 62 968 auch Natriumbisulfat und für ammoniakalische Lösungen Aldehyde.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß man aus feinen Öffnungen gespritzte Lösungen von Alginsäure in bekannter Weise der Einwirkung von koagulierenden Mitteln aussetzt.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Koagulierung Metallsalzlösungen, insbesondere Kalzium-, Strontium- oder Bariumsalzlösungen, verwendet.

3. Ausführungsform der Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die koagulierenden Bäder erwärmt.

4. Ausführungsform der Verfahren nach Anspruch 1, 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die Fäden unter Spannung trocknet.

831. Dr. L. Sarason, Berlin-Westend. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden.

D.R.P. 260 812 Kl. 29b vom 14. VI. 1912, Zus. z. Pat. 258 810 (gelöscht).

Es hat sich herausgestellt, daß man die Lösungen der Alginsäure durch Zusatz von Metallverbindungen verbessern kann, welche, wie beispielsweise die molybdänsauren oder wolframsauren Salze, das Metall im Anion enthalten. So fügt man z. B. 20% des Trockengewichts der Alginsäure molybdänsaures Ammonium zu. Die Masse wird hierdurch viskoser und nach dem Trocknen fester und elastischer, die Verspinnbarkeit wird gesteigert.

Patentanspruch: Verbesserung der zur Ausführung des Verfahrens des Patentes 258 810 erforderlichen Massen, gekennzeichnet durch einen Zusatz von solchen Metallverbindungen, die das Metall im Anion enthalten.

Nach Chemische Fabrik Griesheim-Elektron.

832. Chemische Fabrik Griesheim-Elektron, Frankfurt a. M. Verfahren zur Herstellung einer auf Hornersatz, Filme, Kunstfäden, Lacke u. dgl. verarbeitbaren plastischen Masse.

D.R.P. 281 877 Kl. 39b vom 4. VII. 1913 (gelöscht); österr. P. 70 348.

Es wurde gefunden, daß man die aus der Polymerisation von Halogenvinyl hervorgehenden Produkte in technisch wertvolle Massen überführen kann, wenn man sie in gelösten oder erweichten Zustand überführt und aus diesen Zuständen wieder in die feste Form zurückverwandelt. Man bringt die Polymerisationsprodukte z. B. durch Lösungsmittel vollkommen in Lösung und zieht daraus Fäden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung einer auf Hornersatz, Filme, Kunstfäden, Lacke u. dgl. verarbeitbaren plastischen Masse, dadurch gekennzeichnet, daß man die Polymerisationsprodukte von Halogenvinyl mit oder ohne Zusatzstoffe zunächst erweicht oder in Lösung bringt und sodann wieder in die feste Form zurückverwandelt.

Das österr. P. erwähnt auch die Verwendung der Polymerisationsprodukte organischer Vinylester.

Nach Ostenberg.

833. Ostenberg, San José, Kal. Produkt aus pflanzlichem Eiweiß zur Herstellung künstlicher Seide usw.

Ver. St. Amer. P. 1 316 854.

Eine nicht thermoplastische Masse besteht aus einem Gemisch von pflanzlichem Eiweiß, welches in 70%igem Alkohol löslich ist, z. B. Gliadin, Zein, und einer geringen Menge eines weichmachenden Mittels, wie Seife, Wachs, Harz, Fett, sulfoniertem Öl, Zucker, Glyzerin, Phenolen, Terpenen usw. Durch Behandeln mit Formaldehyd od. dgl. wird die Masse wasserfest.

Nach Löffler.

834. R. J. Löffler, Dresden. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden, Filmen, plastischen Massen usw.

D.R.P. 346 832 Kl. 29b vom 16. X. 1919 (gelöscht); Ver. St. Amer. P. 1 464 949; canad. P. 234 353; franz. P. 545 370 (Köln-Rottweil Akt.-Ges.).

Es hat sich gezeigt, daß die aus Ligninsulfonsäuren der Sulfitzelluloseablage mit Proteinen erhältlichen, als Lignoproteine bezeichneten Stoffe und des niedrigen Preises halber insbesondere das aus Ligninsulfonsäure und Leim erhältliche sog. Lignoglutin¹⁾ sich vorzüglich zur Herstellung von Kunstseide, künstlichen Fäden, Haaren und Filmen, von plastischen Massen, Hornersatz und von Glanzlederappreturen eignen. Kunstseide, künstliche Fäden, Haare und Filme können aus Lignoproteinen erzeugt werden, wenn sie mit Viskose oder Kupferoxydammoniakzellulose in Mischung verwendet werden. Man erhält auf diese Weise z. B. eine Kunstseide, welche animalisiert ist und im Vergleich zu gewöhnlichen Kunstseiden neue, wertvolle Eigenschaften besitzt, so z. B. eine bedeutend höhere Affinität für viele Farbstoffe, ein gewisses Kräuselungs- und Filzvermögen, eine höhere Dehnbarkeit. Die Lignoproteine unterscheiden sich von den aus Sulfitzelluloseablage allein durch Säuren fällbaren Stoffen in chemischer Beziehung dadurch, daß sie stickstoffhaltig sind. Ferner sind sie in Wasser vollständig unlöslich, so daß sie schon aus sehr verdünnten Lösungen quantitativ ausgefällt werden, während man nur aus konzentrierter Sulfitablage mit Säuren überhaupt Fällungen erhält, die z. B. zur Verspinnung mit Kunstseidelösungen nicht geeignet wären, weil sie sich aus der Kunstseide wieder herauslösen würden. Auch die physikalischen Eigenschaften der Lignoproteine sind von denen der aus Sulfitzelluloseablage durch Fälln mit Säuren erhaltenen Massen grundverschieden, sie haben nach dem Eintrocknen hornartigen Charakter und besitzen in alkalischer wie saurer Lösung eine hohe Klebkraft, während die Fällungen aus Sulfitzelluloseablage allein mehr dextrinartigen Charakter besitzen, d. h. sie sind nach dem Eintrocknen spröde und leicht zerreiblich und würden sich auch aus diesem Grunde z. B.

¹⁾ Vgl. Cross und Bevan, brit. P. 1548¹⁸⁸³.

nicht zum Verspinnen eignen. Die Viskose-Lignoglutinseide kann wie folgt gewonnen werden:

Beispiel 1. Das Lignoglutin wird in möglichst wenig Natronlauge gelöst und die kalte Lösung einer spinnfertigen Viskoselösung beigemischt. Das Verhältnis von Lignoglutin zur Zellulose kann in weiten Grenzen geändert werden. Die Viskosität der Spinnlösung kann durch Wasserzusatz geregelt werden. Die evakuierte Spinnlösung wird gesponnen und fixiert und kann schließlich mit Formaldehyd oder Metallsalzlösungen gehärtet werden. Man kann aber auch so verfahren, daß man eine neutrale oder schwach alkalische Mischung von Sulfitzelluloseablauge und Leimlösung der Viskose zusetzt. In diesem Falle entsteht das Lignoglutin zugleich mit der regenerierten Zellulose im Fällbad. Im Gemisch mit Kupferoxydammoniakzellulose wird auf gleiche Weise verfahren, nur wird in diesem Fall das Lignoglutin in Ammoniak gelöst. Auch im Gemisch mit Acetylzellulose kann Lignoglutin verwendet werden, doch muß dann die Lösung in den geeigneten organischen Säuren erfolgen.

Beispiel 2. Bei der Herstellung der Lignoprotein-Viskoseseide kann auch so verfahren werden, daß man den einen Komponenten des Lignoproteinkörpers der Viskosespinnlösung und den anderen dem Fällbade zusetzt, in welchem Falle sich dann im Fällbade gleichzeitig mit der Zellulose der Lignoproteinkörper ausscheidet.

Beispiel 3. Beide Komponenten werden in möglichst neutraler oder schwach alkalischer Lösung von geeigneter Konsistenz der Viskoselösung zugemischt, sodann wie gewöhnlich versponnen und gehärtet. Auch hier scheidet sich das Lignoglutin mit der Zellulose im Säure- oder Härtungsbade gleichzeitig aus.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden oder Filmen, dadurch gekennzeichnet, daß man die aus Sulfitablauge und Proteinen erhältlichen Lignoproteine in Lösung oder die Mischung ihrer Komponenten den Lösungen von Zelluloseverbindungen zusetzt und gemeinsam mit diesen verspinnnt oder ausgießt, fällt und härtet, oder daß man die eine Komponente der Lignoproteine in die Zellstofflösung, die andere in das Fällbad gibt.

Über Herstellung von Kunstseide aus Kautschuklatex, Kautschuklösung oder dem Gel aus vulkanisiertem Kautschuk vgl. R. H. Marriott, Hackbridge, Surrey (brit. P. 205 532 vom 13. VI. 1922).

d) Auf die Herstellung künstlicher Seide bezügliche, allgemeiner Anwendung fähige Verfahren und Einrichtungen.

Das Nachstehende bezieht sich auf Verfahren und Einrichtungen, die für keine der in einer der vorhergehenden Gruppen behandelten Arbeitsweisen angegeben sind und wohl allgemeinerer Anwendung fähig sein dürften.

Vorbehandlung von Zellulose für die Kunstseideherstellung, besondere Zellulosearten.

Nach Glum.

835. O. Glum & Co., Düren. Verfahren zur Herstellung in Lösungsmitteln leicht löslicher und leicht lösliche Derivate liefernder Zellulose durch Erhitzen.

D.R.P. 217 316 Kl. 29b vom 16. X. 1908 (gelöscht).

Seitdem der Verbrauch an Lösungen der Zellulose und ihrer Derivate in den Fabrikationen von Kunstseide, Zelluloid, rauchlosem Pulver usw. bedeutend geworden ist und immerfort wächst, ist man bestrebt, zur Verbilligung der Fabrikationen die Zellulose in einen Zustand überzuführen, der möglichste Ersparnis an Lösungsmittel herbeiführt. Man hat dieses Ziel zu erreichen gesucht, indem man inerte Gase von hoher Temperatur oder überhitzten Wasserdampf lange Zeit auf Zellulose einwirken ließ¹⁾. Die Behandlung der Zellulose nach diesem Verfahren leidet aber an dem Übelstande, daß selbst durch lang anhaltende Einwirkung, die das Verfahren naturgemäß verteuert, ein gleichmäßiges Produkt nicht erzielt werden kann, da die heißen Gase oder Dämpfe die Zellulose nur schwer und ungleichmäßig durchdringen.

Es ist nun gelungen, ein Verfahren zu finden, durch das die genannten Übelstände vollständig beseitigt werden. Die danach erhältliche Zellulose ist nicht nur für sich in allen gebräuchlichen Lösungsmitteln hochgradig und gleichmäßig löslich, sondern sie liefert auch Derivate, die die gleiche wertvolle Eigenschaft Lösungsmitteln gegenüber aufweisen. Die Zellulose wird zu diesem Zwecke in ein Bad aus einer höheren Temperatur vertragenden Flüssigkeit, z. B. Glycerin oder Öl, eingetragen, die die Zellulose leicht und vollständig zu durchdringen vermag, und hierin auf Temperaturen über 100° erhitzt. Höhe der Temperatur und Zeitdauer der Erhitzung, die in Wechselwirkung stehen, sind abhängig von der Art der zu behandelnden Zellulose und von ihrer äußeren Beschaffenheit. Wird die Behandlung längere Zeit fortgesetzt oder die Temperatur über eine bestimmte Grenze hinaus erhöht, so zerfällt die Zellulose, d. h. sie verliert ihre faserige Struktur. Man hat es also in der Hand, den letztgenannten Zustand herbeizuführen oder zu vermeiden.

Beispiele: Man behandelt trockene Baumwolle 3 Stunden lang mit Glycerin bei 120° und erhält so eine leicht lösliche Zellulose, die ihre ursprüngliche Struktur fast ganz beibehalten hat. Oder man behandelt trockene Baumwolle in einem reichlich Öl fassenden Bade bei 140° länger als 4 Stunden. Es tritt dabei ein die höhere Löslichkeit nicht beeinflussender Zerfall der Faser ein, der sich besonders erst nach dem Entfetten der Zellulose nach bekanntem Verfahren und dem Trocknen bemerklich macht. Bei niedrigerer Temperatur oder kürzerer Zeitdauer der Behandlung bleibt auch in diesem Falle die Struktur gut erhalten. Nach der Behandlung wird die Zellulose von der betreffenden Flüssigkeit

¹⁾ Siehe S. 40.

unter deren eventueller Wiedergewinnung befreit und, wenn nötig, gebleicht und getrocknet. Die auf diese Weise erhältliche Zellulose erfordert zu ihrer vollständigen Lösung nur ungefähr die Hälfte des sonst nötigen Lösungsmittels. Ebenso ist für die daraus nach üblichem Verfahren hergestellten Derivate, z. B. Nitrozellulose, Zellulosexanthogenat u. dgl., nur etwa die Hälfte des sonst gebräuchlichen Lösungsmittels erforderlich, um Lösungen gleicher Konsistenz zu erhalten.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung in Lösungsmitteln leicht löslicher und leicht lösliche Derivate liefernder Zellulose durch Erhitzen, dadurch gekennzeichnet, daß Zellulose vor ihrer Lösung oder Überführung in ihre Derivate bei Temperaturen über 100° in bei diesen Temperaturen beständigen Flüssigkeiten, wie Glycerin oder Öl, behandelt wird.

Nach Opfermann, Friedemann und der A.-G. für Maschinenpapier-Fabrikation.

836. Dr. E. Opfermann, Aschaffenburg, Dr. E. Friedemann, Elberfeld, und Aktien-Gesellschaft für Maschinenpapier-Fabrikation, Aschaffenburg. Verfahren zur Reinigung und Vorbereitung von Handels-Holzzellstoff für die Zwecke der Herstellung von Kunstfäden und Nitrozellulosen od. dgl.

D.R.P. 219085 Kl. 29b vom 16. IV. 1909 (gelöscht), übertragen auf Akt.-Ges. für Zellstoff- und Papierfabrikation, Aschaffenburg; franz. P. 402462; brit. P. 10604¹⁹⁰⁹.

Bei der Herstellung von Kunstfäden und Nitrozellulosen hat sich Holzzellstoff als Ersatz für Baumwolle bisher nur in beschränktem Maße als brauchbar erwiesen, da selbst die besten Handelssorten im Gegensatz zur Baumwolle noch verschiedene Verunreinigungen, wie Inkrusten, Holzgummi und Harz, enthalten. Diese Verunreinigungen erschweren aber die Verarbeitung des Holzzellstoffes erheblich und beeinträchtigen die Beschaffenheit und Eigenschaften der fertigen Fabrikate. Man hat zwar schon den Vorschlag gemacht, diese Verunreinigungen dadurch zu beseitigen, daß man den Holzzellstoff mit ätzenden Alkalien behandelt. Diese sind zwar geeignet, Inkrusten, Holzgummi und Harz zu lösen, gleichzeitig greifen sie jedoch den Holzzellstoff derart an, daß bei einer nachfolgenden Bleiche eine erhebliche Neubildung von Oxyzellulose eintritt, die einerseits die Herstellung hochnitrierter Zellulosen erschwert und andererseits bei der Kunstseidefabrikation nach dem Kupferoxydammoniakverfahren zur Bildung stark oxyzellulosehaltiger Lösungen von mangelhafter Spinnbarkeit und Viskosität Veranlassung gibt.

Diese Übelstände werden gemäß der Erfindung dadurch vermieden, daß man den Holzzellstoff mit verdünnten Lösungen von kohlensauren Alkalien u. U. unter vorsichtigem Zusatz von ätzenden oder Schwefelalkalien unter Druck kocht. Dadurch wird gleichzeitig bei der nachfolgenden Bleiche eine Ersparnis an Bleichmitteln um etwa 50% erzielt. Die Konzentration der Alkalilauge beträgt je nach der Beschaffenheit

des angewandten Zellstoffs etwa $\frac{1}{2}$ –2%, die Kochdauer etwa 3 bis 6 Stunden bei einem Druck von etwa 2–3 Atmosphären. Ein geringer Zusatz von ätzenden oder Schwefelalkalien erhöht die Weichheit des Produktes, ohne seine Festigkeit zu verringern. Die Ausführung des Verfahrens gestaltet sich beispielsweise so, daß man 50 kg Holzzellstoff mit 1000 l einer Lösung, die im Liter 10 g wasserfreie Soda enthält, 6 Stunden lang bei 2,5 Atm. Druck kocht und darauf den Stoff völlig auswäscht.

Patentanspruch: Verfahren zur Reinigung und Vorbereitung von Handels-Holzzellstoff für die Zwecke der Herstellung von Kunstfäden und Nitrozellulosen od. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß man den Holzzellstoff mit Lösungen von kohlen-sauren Alkalien evtl. unter vorsichtigem Zusatz von ätzenden oder Schwefelalkalien unter Druck kocht.

Vgl. hierzu S. 256 und 257.

Nach Gocher Ölmühle.

837. Gocher Ölmühle Gebr. van den Bosch, Goch, Rheinpr. Verfahren zur unmittelbaren Herstellung farbiger Zellulosegebilde.

D.R.P. 178 308 Kl. 29 b vom 2. IV. 1905 (übertragen auf Rheinische Kunstseide-Fabrik A.-G., Köln), (gelöscht); franz. P. 366 126; brit. P. 6942¹⁹⁰⁶; schweiz. P. 35 911; Ver. St. Amer. P. 931 634 (O. Müller).

Bei der Herstellung von künstlichen Fäden, Fasern, Streifen, Filmen od. dgl. aus Zellulose (z. B. Baumwolle, Sulfitzellulose) erhielt man an sich farblose oder weiße Zellulosegebilde, welche in beliebiger Weise, ähnlich wie es bei natürlichen Fasergebilden geschieht, gefärbt wurden. Dieses Färben konnte unter Umständen auch dadurch geschehen, daß Zelluloselösungen, aus welchen die Zellulosegebilde hergestellt wurden, mit dem entsprechenden Farbstoff versehen wurden.

Versuche haben nun ergeben, daß man bei Anwendung eines bestimmten Zelluloserohstoffes, nämlich des aus den Baumwollensamenschalen erhältlichen Zellulosestoffes oder Zellstoffersatzes, unmittelbar farbige Zellulosegebilde wie Filme, Fäden u. dgl. herstellen kann. Zur Ausführung des Verfahrens wird die Baumwollensamenschalenzellulose (Zellstoffersatz), in der man bei ihrer Herstellung die gewünschten in ihr vorhandenen Farbmengen belassen hat, in den üblichen Lösungsmitteln (Ätzalkali mit Schwefelkohlenstoff, Schweizers Reagens, Chlorzink) gelöst und die Lösung in bekannter Weise durch geeignete Öffnungen in eine geeignete (z. B. saure) Fällflüssigkeit eintreten gelassen. Die erhaltenen Fäden, Filme od. dgl. können je nach Wunsch einer weiteren Behandlung unterzogen werden. Als Fällflüssigkeit kann eine Lösung einer Säure oder saurer Salze, die auch andere Salze enthalten kann, Verwendung finden. Auf diese Weise erhält man Zellulosegebilde, welche je nach den in der angewendeten Baumwollensamenschalenzellulose bei ihrer Herstellung belassenen Farbstoffmengen in einer vom Rot bis zum zartesten Gelb gehenden Farbe erscheinen. Die Tiefe der Farbe kann auch dadurch geregelt werden, daß man die ent-

sprechende Menge der bei der Herstellung der Baumwollensamenschalenzellulose erhaltenen alkalischen Farbstofflösung vor, bei oder nach dem Auflösen der genannten Zellulose zusetzt. Überdies kann die angewendete Baumwollensamenschalenzellulose auch noch andere Zellulose (z. B. Baumwolle) gelöst enthalten, wobei es gleichgültig ist, ob die Schalenzellulose gemeinschaftlich mit der anderen Zellulose gelöst oder die Lösungen getrennt hergestellt und dann gemischt werden. Wesentlich ist immer das Vorhandensein gelöster Baumwollensamenschalenzellulose (Zellstoffersatz).

Den für die Herstellung der Zellulosegebilde nach vorliegender Erfindung zu benutzenden Zellstoffersatz kann man beispielsweise folgendermaßen erhalten: Die Baumwollsaatschalen werden, gleichgültig, ob ihnen noch Baumwollfasern anhängen oder nicht, in einer Natronlauge von 3–10° Bé einige Stunden gekocht, wobei die Wirkung der Lauge durch Anwendung von Druck befördert werden kann. Die Kochflüssigkeit wird darauf von der Masse getrennt und diese mit Wasser ausgewaschen. Hiernach kann man die Masse in einem chlorhaltigen Bad (z. B. von Natriumhypochlorit) mit einem Gehalt von etwa 3–4% wirksamen Chlors zweckmäßig bei etwa 35° längere Zeit mazerieren. Die Masse erhält dadurch eine knorpelartige Beschaffenheit. Je nach der Zeitdauer der Einwirkung gewinnt man auf diese Weise ein Produkt, in welchem mehr oder weniger des dem Ausgangsmaterial anhaftenden Farbstoffes belassen ist, was, wie oben beschrieben, den verschiedenen Färbungsgrad der aus diesem Material herzustellenden Gebilde bedingt. Von dem Chlorbad wird die Saatschalensubstanz getrennt. Es folgt dann ein Auswaschen mit Wasser, dessen Wirkung man gewünschtenfalls durch Anwendung von bekannten Antichlormitteln unterstützen kann. Die so erhaltene knorpelartige Substanz ist nunmehr für vorliegendes Verfahren geeignet.

Patentanspruch: Verfahren zur unmittelbaren Herstellung farbiger Zellulosegebilde, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Lösung von Baumwollensamenschalenzellulose durch Eintreten in eine Fällflüssigkeit unter Benutzung einer entsprechenden Öffnung zu den gewünschten Gebilden formt.

Hinsichtlich der Gewinnung des Zellstoffs s. noch schweiz. P. 42 536 und franz. P. 366 125.

Nach Weertz.

838. M. Weertz, Bradford. Verbesserung in der Herstellung von Zelluloselösungen.

Brit. P. 12 422¹⁹¹⁰.

Als Ausgangsstoff zur Herstellung der Lösung dienen die sog. Pflanzenseiden, z. B. Kapokfaser und Bombaxfaser, die nach dem Entfetten und Bleichen in den bekannten Lösungsmitteln für Zellulose gelöst werden. Die Lösungen sollen sich zu sehr feinen Fäden verspinnen lassen.

Nitrierte Kapokfaser in Äther gelöst zum Überziehen von Fasern s. franz. P. 12 938, Zus. z. 409 627, J. Tissier.

Nach Krause.

839. G. A. Krause, München. Verfahren zur Gewinnung von Zellulose für Kunstseide u. dgl.

D.R.P. 337 725 Kl. 29b vom 9. VIII. 1918 (gelöscht).

Bisher wurde Zellulose für die Herstellung von Kunstseide derart gewonnen, daß man die nasse Zellulose auf einer Papiermaschine durch Auspressen, eine Art Ausbügeln, trocknete. Hierbei wird aber die Zellulose stark mitgenommen, besonders durch den Druck und die große Wärmewirkung. Es hat sich nun gezeigt, daß ein weitaus wertvollerer Rohstoff zur Herstellung von Kunstseide u. dgl. gewonnen wird, wenn man die nasse Zellulose nach einem der bekannten Verfahren fein zerstäubt und in diesem zerstäubten Zustand der Wirkung eines warmen Luftstromes aussetzt. Die Trocknung geschieht hierbei bei verhältnismäßig sehr niedriger Temperatur, da durch die überaus rasche Verdampfung des Wassers bei der feinen Zerstäubung trotz Anwendung von Trockenluft von 100–110° die Temperaturen bei der Trocknung höchstens 40–45° betragen. Die Zellulosemasse wird demnach durch Wärme nicht im geringsten geschädigt, ferner hat sie keinen Druck auszuhalten wie bei den bisherigen Verfahren, welcher ja ohne Zweifel einen schädlichen Einfluß auf die Zellulosemasse ausübte.

Patentanspruch: Verfahren zur Gewinnung von Zellulose für Kunstseide u. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß man die nasse Zellulosemasse durch Düsen, sich drehende Schleudernanlagen usw. äußerst fein zerstäubt und in diesem Zustand der Einwirkung eines erwärmten Luftstromes aussetzt.

Nach Davoine.

840. H. Davoine. Verbesserungen in dem Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 470 606.

Als Zellulose wird die von *Hedychium coronarium* aus der Familie der Zingiberaceen verwendet und in bekannter Weise verarbeitet. Die daraus erhaltenen Fäden sind widerstandsfähiger als die bisherigen Kunstseiden, sie sind glänzender, und ihr Preis ist niedriger.

Nach Verein für Chem. Industrie.

841. Verein für Chem. Industrie in Mainz, Frankfurt a. M. Verfahren zur Vorbereitung der Zellulose für die Herstellung von Spinnlösungen.

D.R.P. 290 131 Kl. 29b vom 31. V. 1913 (gelöscht).

Die Herstellung einer brauchbaren Spinnlösung ist eine der wichtigsten Vorbedingungen zur Herstellung einer guten Kunstseide. Die Natur der zu verwendenden Zellulose und die Art, wie diese in Lösung gebracht wird, spielen eine große Rolle. Gut lösliche Zellulosesorten ergeben leicht

spinnbare Verbindungen. Die daraus erhaltenen Kunstseidefäden weisen jedoch im allgemeinen eine nur geringe Festigkeit auf, während andererseits gerade die am schwersten löslichen Zellulosearten die haltbarsten Kunstfäden ergeben. Man erklärt sich dies dadurch, daß man annimmt, das Molekül der schwer löslichen Zellulose sei sehr groß, und bei sehr starker Einwirkung des Lösungsmittels trete ein Abbau ein, indem Zellulose von geringer Molekulargröße entstehen. Der Zellstoff oder die Holzzellulose soll beispielsweise in der Hauptsache aus einer solchen teilweise abgebauten Zellulose bestehen. Er ergibt nach der Verarbeitung zu Kupferoxydammoniak- oder Nitrokunstseide nur Fäden von sehr geringer Haltbarkeit. Andere Pflanzenbestandteile, vor allem das Samenhaar der Baumwollpflanzen, aus denen die verspinnbare Baumwolle besteht, sollen dagegen ein sehr hohes Molekulargewicht aufweisen. Das Zellulosemolekül ist hier sehr groß, so daß nach der Verarbeitung Fäden von ausgezeichnete r Haltbarkeit entstehen. Dagegen sind aber gerade diese Zellulosearten außerordentlich schwer so in Lösung zu bringen, daß eine gut verspinnbare Lösung entsteht. Die Kunst bei der Herstellung der Zelluloselösungen besteht darin, die Zellulose so zu behandeln, daß ihre Spinnverbindung genügend leicht löslich wird, ohne durch ein Zuviel in diesem Bestreben die von der Natur bewirkte Molekularaggregation der Zellulose zu sehr zu beeinträchtigen und dadurch der Festigkeit des aus der Faser zu erhaltenden Fadens zu schaden. Eine derartig schädliche Aufschließung der Zellulose findet z. T. schon bei der Vorbehandlung zwecks Reinigung statt. Noch gefährlicher für die Zellulose können Oxydationsmittel oder geringe Mengen von Säuren werden, die von irgendeiner Säurebehandlung, z. B. nach dem Bleichen infolge ungenügenden Waschens, in der Faser zurückgeblieben sind. Diese bewirken nämlich beim Trocknen der Zellulose die Bildung von Oxy- und Hydrozellulose, welche die Faser brüchig und zur Herstellung haltbarer künstlicher Fäden ungeeignet machen.

Es hat sich nun gezeigt, daß die mit geringen Mengen von Säure, z. B. Schwefelsäure, behandelte Zellulose ihre Eigenschaften nur in vorteilhafter Weise verändert, wenn man dafür Sorge trägt, daß die Bildung von Oxy- und Hydrozellulose unbedingt vermieden wird. Mit etwa $\frac{1}{100}$ bis zu $\frac{1}{5}$ % Schwefelsäure getränkte und bei niedriger Temperatur getrocknete Baumwolle nimmt z. B. 10–30% an Festigkeit zu (Dr. W. Zänker und Karl Schabel, *Lehnes Färberztg.* 1913, S. 280), ohne daß es nach den von Schwalbe (Dr. C. Schwalbe, *Ber. d. dtsh. chem. Ges.* 40, S. 1347 u. 4523. 1907) und anderen vorgeschlagenen Verfahren möglich ist, Oxy- oder Hydrozellulose auch nur in Spuren nachzuweisen. Erst beim Erhitzen des trockenen, schwefelsäurehaltigen Fasermaterials tritt die Bildung der Oxy- und Hydrozellulose ein.

Gerade wie die mercerisierte Baumwolle bei der Herstellung von Viskoselösungen ein besseres Lösungsvermögen zeigt, so ist die mit Säuren oder sauer reagierenden Salzen auf die angegebene Weise behandelte Zellulose nunmehr erheblich leichter löslich. Ein Auseinanderfallen der Molekularaggregate im Zellulosemolekül hat bei der Behand-

lung mit Schwefelsäure trotzdem anscheinend noch nicht stattgefunden, wie sich darin zeigt, daß die erhaltenen Kunstfäden auch bei der guten Löslichkeit der Zellulose eine vorzügliche Festigkeit besitzen. Eine der Hauptschwierigkeiten der Kunstseidenfabrikation, nämlich eine stets gleiche Viskosität der Spinnlösung und damit eine stets gleiche Fadenqualität zu erhalten, wird durch das neue Verfahren zu einem sehr großen Teile behoben. Durch die angegebene Vorbehandlung wird auch die trotz aller Sorgfalt nicht zu umgehende Ungleichmäßigkeit des natürlichen Ausgangsmaterials ziemlich unschädlich gemacht. In der Verwendung der Chemikalien können Ersparnisse erzielt werden, da man auch mit geringeren Mengen von Chemikalien Lösungen von demselben Gehalt an Zellulose und der gleichen Viskosität zu erzielen vermag.

Es ist noch erwähnenswert, daß man auch ungebleichte Zellulose in der angegebenen Weise behandeln, lösen, verspinnen und dann erst den fertigen Kunstfaden bleichen kann, weil die Widerstandsfähigkeit des Materials sehr groß ist.

Beispiel: Die zur Verarbeitung auf Kunstseide bestimmte Baumwolle wird in der üblichen Weise gebleicht, wobei man strengstens dafür Sorge trägt, daß jede Bildung von Oxy- oder Hydrozellulose vermieden wird, was durch die angegebene Prüfungsweise von Schwalbe überwacht werden kann. Nach dem Bleichen wird gespült und wie üblich mit Schwefelsäure abgesäuert. Hiernach wird mit sehr weichem Wasser, Kondenswasser oder destilliertem Wasser so lange gespült, bis die Waschlöslichkeit auch nach dem Einengen einer größeren Portion keine saure Reaktion mehr zeigt. Die Baumwollfaser selbst zeigt auch dann noch eine stark saure Reaktion, die man auf die von Zänker und Schnabel (a. a. O.) angegebene Art festzustellen vermag. Sie enthält noch gerade so viel Schwefelsäure, wie nötig ist, um den beschriebenen neuen Effekt zu erzielen. Sie braucht nur noch an der Luft oder auf andere Art bei niedriger Temperatur getrocknet zu werden und ist danach zur Verarbeitung zu Spinnlösungen fertig. Zweckmäßig ist es, die Baumwolle dann noch einige Tage an einem trocknen Orte an der Luft liegenzulassen, ehe man das Lösen vornimmt. Selbstverständlich darf die Zellulose auch nach dem Trocknen keine Reaktion auf Oxy- oder Hydrozellulose zeigen. Man bleicht daher am besten nur so stark, daß die Faser auch nach der Bleiche noch einen deutlich gelben Farbton aufweist.

An Stelle der Schwefelsäure können selbstverständlich auch beliebige andere Säure, saure oder säureabspaltende Salze verwendet werden. Vor dem Lösen der so behandelten Zellulose ist es im allgemeinen nicht unbedingt erforderlich, die Säure durch Spülen oder Neutralisieren zu entfernen. Die Zellulose kann vielmehr sofort verarbeitet werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Vorbereitung der Zellulose für die Herstellung von Spinnlösungen, darin bestehend, daß sie mit so geringen Mengen von Säuren oder sauren Salzen in der Weise behandelt und getrocknet wird, daß eine Bildung von Oxy- oder Hydrozellulose nicht eintritt.

Nach Roederer.

842. Dr. W. R. Roederer, Karlsruhe i. B. Verfahren zur Vorbereitung von Zellulose für die Herstellung von Kunstseide und ähnlichen Kunststoffen.

D.R.P. 338 551 Kl. 29b vom 14. I. 1920 (gelöscht).

Es wurde gefunden, daß unter gewissen Umständen Formaldehyd, dessen Homologe, Kondensations- und Polymerisationsprodukte mit der rohen Zellulose, die bei der Kunstseideherstellung als Ausgangsstoff dient, in Reaktion treten können. Voraussetzung hierbei ist, daß der wäßrigen Lösung des Aldehyds als Kontaktstoff eine anorganische oder organische Säure oder Base oder ein Salz zugefügt wird. Am kräftigsten wirken die anorganischen Säuren. Die Behandlung kann heiß oder kalt erfolgen. Man kann auch die mit der wäßrigen Lösung des Kontaktstoffs getränkte Zellulose mit Aldehyddämpfen behandeln. Durch diese Behandlung kondensieren sich die unerwünschten Zellulosebegleiter, die von der Industrie Holzgummi genannt werden, mit dem Aldehyd zu höhermolekularen Verbindungen, die sich nicht mehr in alkalischen Lösungen lösen. Unter Umständen kann sich während der Reaktion, bei Anwendung von Säuren als Kontaktstoff, Hydrozellulose bilden, bei zweckmäßigem Arbeiten jedoch in ganz unbedeutendem Maße, so daß die Hydrozellulose bei der Weiterverarbeitung nicht schaden kann. Es hat sich weiter gezeigt, daß aus einer so behandelten Zellulose nach den bekannten Verfahren sehr viel wertvollere Kunstfasern und ähnliche Kunststoffe erhalten werden können als aus den gewöhnlichen Ausgangsstoffen. Die mit Aldehyd behandelten Rohstoffe liefern Kunstfasern und -stoffe, die wasser- und reißfester sind und widerstandsfähiger gegen Einflüsse des Lichtes und chemischer Art als die aus gewöhnlichen Rohstoffen hergestellten Kunststoffe.

Patentanspruch: Verfahren zur Vorbereitung von Zellulose für die Herstellung von Kunstseide und ähnlichen Kunststoffen, dadurch gekennzeichnet, daß die Zellulose vor der Verarbeitung mit Formaldehyd oder dessen Homologen, Polymerisations- oder Kondensationsprodukten unter Zusatz einer anorganischen oder organischen Säure oder Base oder eines Salzes als Katalysator behandelt wird.

Nach Müller.

843. Dr. R. Müller, Eilenburg. Verfahren zur Überführung von Zellstoff in eine direkt zu chemischen Umwandlungen geeignete Form.

Schweiz. P. 85 710.

Bei der Herstellung von Zellstoffestern hat man die Erfahrung gemacht, daß der Zellstoff nur ungleichmäßig in die betreffende Verbindung, z. B. Nitrozellulose, Acetylzellulose, Äthylzellulose, Viskose usw. umgewandelt wird, und daß meistens ein Kern von nicht esterifiziertem oder halbesterifiziertem Zellstoff zurückbleibt. Den Grund für diese Erscheinung bildet die gerade, stäbchenartige Beschaffenheit des

in Stücken getrockneten Zellstoffs. Es wurde nun festgestellt, daß dieser Übelstand dadurch vermieden werden kann, daß man die Zellstofffaser mit mercerisierenden Flüssigkeiten, z. B. Natronlauge, behandelt. Derartig behandelter Zellstoff erhält eine gedrehte baumwollähnliche Form und nitriert und esterifiziert sich nach dem Auswaschen und Trocknen, besonders wenn er in trockenem Zustand etwas gelockert wird, genau wie Baumwolle und nimmt auch keinen größeren Raum, z. B. für die Nitrierung oder Esterifizierung, in Anspruch als Baumwolle.

844. Dr. R. Müller, Eilenburg. Verfahren zur Überführung von Zellstoff in eine für die chemische Umwandlung geeignete Form.

Schweiz. P. 86 171; franz. P. 519 840 vom 24. XII. 1919; österr. P. 91 905.

Zur Herstellung von Zellstoffverbindungen, z. B. bei der Nitrierung, Viskosierung usw., wird der Zellstoff in Flockenform gebracht. Das wird am besten dadurch erreicht, daß man Rohstoff, wie er nach dem Kochen oder Bleichen erhalten wird, ungemahlen, jedoch soweit wie möglich durch Schleudern oder Abnutschen oder auf der Pappenmaschine entwässert, vorzerteilt und dann durch einen Exhaustor, wie er z. B. zum Späne- und Baumwolltransport dient, hindurchführt. Dabei verbindet man zweckmäßig die Abgangsblaseleitung mit einem unmittelbar über dem Trockenapparat befindlichen Vorratsbehälter. Der Zellstoff wird durch diese Anordnung zugleich befördert, zerteilt und gelockert. Um etwa vorhandene größere Stücke zurückzuhalten, hat sich der Einbau eines sich drehenden oder schüttelnden Siebes hinter dem Exhaustor als vorteilhaft erwiesen. Der Zellstoff wird also rein mechanisch zerteilt, gelockert und in einen porösen Stoff übergeführt.

Nach Opfermann.

845. Dr. E. Opfermann, München. Verfahren zur Reinigung und Veredelung von handelsüblichen Zellstoffen aller Art für die Zwecke der Herstellung von Zelluloseestern und sonstigen chemisch charakterisierten Zelluloseverbindungen, Kunstfäden u. dgl.

D.R.P. 379 771 Kl. 29b vom 16. VII. 1921.

Bekanntlich enthalten alle im Handel befindlichen ungebleichten und gebleichten Natron- und Sulfitzellstoffe, Strohzellstoffe usw., selbst Baumwolle, noch Verunreinigungen, wie Inkrusten, Harz, Eiweißkörper, Pentosane, Oxy- und Hydrozellulosen usw., welche die Verarbeitung auf obengenannte Produkte erheblich erschweren und die Beschaffenheit der Fertigfabrikate ungünstig beeinflussen. Man hat den Vorschlag gemacht, diese Verunreinigungen durch Kochen mittels ätzender Alkalien zu beseitigen, dabei aber die Beobachtung gemacht, daß wohl die Inkrusten, Holzgummi, Harz usw. größtenteils gelöst werden, der Zellstoff selbst aber hierbei zum Teil in Lösung geht, zum Teil so stark angegriffen wird, daß seine Weiterverwendung für die genannten chemischen Zwecke in Frage gestellt ist. Eine wesentliche Verbesserung nach dieser Richtung

brachte das D.R.P. 219 085¹⁾, das sich der milder wirkenden Soda bedient. Aber auch bei diesem Verfahren wird durch den Kochprozeß noch ein gewisser Prozentsatz gute Zellulose mit aufgelöst. Das gleiche läßt sich von dem Schweizer Patent 75 540 sagen, welches die Veredelung von Zellstoff durch Kochen mit Wasserglaslösungen anstrebt. Das D.R.P. 220 645 von Schwalbe verwendet sehr dünne Lösungen von salpetriger Säure zur Darstellung sog. Edelfaser. In neuerer Zeit hat man auch den Vorschlag gemacht, Natronzellstoff durch eine nachfolgende Sulfitkochung zu reinigen (Dr. W. Schacht), und Schwalbe will dieses Problem dadurch lösen, daß er Zellstoff mit Kalklösungen kocht. Alle diese Verfahren haben das gemeinsam, daß sie das Zellstoffmaterial in der Wärme, fast immer unter Druck, mit einem Überschuß des Lösungsmittels behandeln. Die Mercerisation aber von Zellstoff, die sich zwecks inniger Vermischung von Zellulose und Alkali und Überführung in eine chemische Verbindung, nämlich die Alkalizellulose, des Kollergangs bedient, hat mit diesen Veredlungsverfahren nichts zu tun, da sie ganz andere Zwecke verfolgt. Ebensowenig fällt das D.R.P. 349 880 Kl. 55 b, welches lediglich bezweckt, Stroh, Schilf und ähnliche inkrustierte Fasergebilde durch gleichzeitige mechanische und chemische Einwirkung im Kollergang zu einem Halbstoff aufzuschließen, unter diese Kategorie.

Versuche haben ergeben, daß man sich vorteilhaft doch ähnlicher Apparaturen bedienen kann, unter weitgehendster Schonung der wahren Zellulose einen sog. Edzellstoff zu erzielen, wenn man handelsüblichen, also durch eine vorausgegangene Kochung und eventuelle Bleiche möglichst von den Inkrusten befreiten Zellstoff in einem Kollergang, Stampfwerk usw. einer gleichzeitigen mechanischen und chemischen Behandlung unterwirft. Und zwar eignen sich für den letzteren Zweck je nach der Beschaffenheit des Ausgangsstoffs, sowohl ätzende, kohlen saure, doppeltkohlen saure, Schwefelalkalien und Wasserglaslösungen, wie auch die Lösungen oder Aufschlammungen von Oxyden der alkalischen Erden. Der Vorteil dieser Behandlung liegt einerseits darin, daß durch die fortwährende mechanische Einwirkung des Mahlwerkes die Zellfasern in Fibrillen zerteilt, die Verunreinigungen dadurch bloßgelegt und zugänglich gemacht, andererseits trotz eines Mindestaufwands von Chemikalien infolge der Ausschaltung aller unnötigen Flüssigkeitsmengen konzentrierte alkalische Lösungen oder Aufschlammungen fortgesetzt in die Fasern hineingepreßt und zur Wirkung gebracht werden. Gleichzeitig wird außer dem Reinigungs- und Veredelungszweck auch noch der Vorteil erreicht, daß die in Fibrillen zerlegte Faser für die Weiterverarbeitung viel reaktionsfähiger wird.

Die Ausführung des Verfahrens gestaltet sich beispielsweise für ungebleichten Ritter-Kellnerstoff so, daß man 1000 kg lufttrockenen Stoff allmählich unter Zugabe einer Lösung von 120—130 kg kalz. Soda oder etwa 90 kg NaOH in 950 l Wasser allmählich in den Kollergang einträgt und 2—3 Stunden lang kollert. Oder aber 1000 kg gebleichter

¹⁾ Siehe S. 670.

Zellstoff werden je nach dem Bleichgrad mit 120—130 kg in 950 l Wasser aufgeschlämmten Ätzkalks 3—4 Stunden der gleichen Behandlung unterworfen. Es hat sich übrigens als günstiger gezeigt, den zu behandelnden Stoff zuerst etwa $\frac{1}{2}$ —1 Stunde vorzukollern und dann erst die chemischen Agenzien zuzufügen. Die Anwendung von Hydroxyden alkalischer Erden ist insbesondere zur Veredelung von weniger verunreinigten und besonders gebleichten Zellstoffarten zu empfehlen. Nach Beendigung des Aufschlusses versetzt man die Masse mit der gerade zur Erzielung eines dicken Zellstoffbreies ausreichenden Menge (auch angewärmten) Wassers, läßt über Nacht stehen, schleudert dann zweckmäßig die Mutterlauge ab, wäscht den Stoff im Holländer oder in sog. Shankschen Auslaugkästen aus, säuert nötigenfalls schwach nach und wäscht fertig.

Patentanspruch: Verfahren zur Reinigung und Veredelung von handelsüblichen Zellstoffen aller Art für die Zwecke der Herstellung von Zelluloseestern und sonstigen chemisch charakterisierten Zelluloseverbindungen, Kunstfäden u. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß man die Zellstoffmasse in einem Kollergang, Stampfwerk u. dgl. einer gleichzeitigen mechanischen und chemischen Behandlung unterwirft, und zwar je nach der Beschaffenheit des Zellstoffmaterials und dem gewünschten Reinigungseffekt mit ätzenden, kohlen-sauren, doppeltkohlen-sauren oder Schwefelalkalien, Wasserglaslösungen sowie Lösungen bzw. Aufschlämmungen von Hydroxyden der alkalischen Erden, in höchst konzentriertem, die wässrige Flüssigkeit tunlichst ausschaltender Form.

Besondere Lösungsmittel für Zellulose, Reinigen von Zellulosepräparaten, Herstellung von Zelluloselösungen.

Nach Langhans.

846. R. Langhans, Berlin. Verfahren zur Umwandlung von Zellulose in eine formbare Masse durch aufeinanderfolgende Anwendung von Schwefelsäure verschiedener Konzentrationsstufen.

D.R.P. 72 572 Kl. 21 vom 17. VI. 1891 (gelöscht); franz. P. 217 557; Ver. St. Amer. P. 571 530.

Das Verfahren besteht darin, gereinigte Zellulose nacheinander mit Schwefelsäure von verschiedenen Konzentrationsstufen zu behandeln, um daraus eine gelatinöse und formbare Masse (Sulfozellulose) herzustellen, dann aus dieser Masse die verlangten Körper zu formen und schließlich letztere in Wasser zu bringen, worin deren Substanz gerinnt, und welches die Schwefelsäure auszieht, um selbst an deren Stelle zu treten und mit der umgewandelten Zellulose Hydrozellulose zu bilden.

Die Zellulose wird zunächst gereinigt. Bei Verwendung natürlicher Zellulose wie Baumwolle wird diese erst mit einer schwachen Alkalilösung und darauf mit verdünnter Salzsäure behandelt, dann mit Wasser ausgesüßt und schließlich getrocknet. Die gereinigte Zellulose wird nun kurze Zeit mit Schwefelsäure durchtränkt, welche einen solchen Ver-

dünnungsgrad hat, daß sie die Zellulose noch nicht zu gelatinieren vermag und deren Bau unverändert läßt. Bei einer Lufttemperatur von 15° ist hierzu eine Säure von 40–50% Schwefelsäurehydrat geeignet. Hierauf folgt eine Behandlung mit Schwefelsäure, welche hinreichend stark ist, um die Zellulose zu lösen und in Sulfozellulose überzuführen, was sich mit einer Säure erreichen läßt, die 70–80% Schwefelsäurehydrat enthält. Von dieser setzt man unter Umrühren und Kneten so viel zu, daß eine steife Gelatine erzielt wird. Infolge der vorausgegangenen Durchtränkung der Zellulose mit schwächerer Säure geht die Vermischung und Verbindung mit der starken Säure leicht vonstatten. Damit nun während des ferneren Verfahrens, d. i. der Erzeugung der Fäden usw., welche eine gewisse Zeit in Anspruch nimmt, keine Zersetzung eintrete, wird die in der Masse enthaltene starke Säure durch Zusatz und Einkneten einer angemessenen Menge schwächerer Schwefelsäure wieder verdünnt. Je nach dem Konzentrationsgrad der starken Säure ist hierzu eine Säure von 63 bis herab zu 45% Schwefelsäurehydrat zu verwenden, und man setzt so viel davon zu, als nötig ist, um den für die weitere Verarbeitung erforderlichen Grad von Konsistenz zu erzielen. (Eine Verdünnung mit Wasser würde nachteilig sein wegen der dadurch eintretenden Erhitzung, welche der Zersetzung Vorschub leisten würde.) Man kann auch gleich zu Anfang bei rascher und sorgfältiger Durchknetung Säure von etwa 70–75% und darauf solche von 55–50% Säurehydrat verwenden. Im ganzen lassen sich auf die eine oder die andere Weise durch 100 g Säurehydrat und Wasser bis zu 10 g Zellulose auflösen und in die gewünschte Masse umwandeln.

Als Endprodukt des beschriebenen Verfahrens erhält man einen homogenen glasigen Kleister von starker Klebkraft, welcher die besondere Eigenschaft hat, mit Wasser sofort zu gerinnen, und zwar unter Bewahrung der Form, welche die Masse vorher besaß. Vor der Verwendung der Masse ist es angezeigt, daraus die durch das Kneten hineingekommenen Luftblasen zu entfernen, was sich mittels einer Luftpumpe oder einer Schleudermaschine erreichen läßt. Aus der erzeugten Masse formt oder gießt man nun die Körper, welche man zu haben wünscht. Oder man bringt die Masse in eine mit geeigneten Düsen oder Löchern versehene Spritze, drückt sie durch jene hindurch und erzeugt auf solche Weise Fäden oder Bänder von unbegrenzter Länge und überall gleichem Querschnitt, die hinreichende Festigkeit haben, um sofort ein Aufhaspeln zu ertragen. Schließlich legt man die Fäden oder anderweitigen Körper in Wasser, welches man wiederholt erneuert. Auch können wässrige Lösungen hierzu benutzt werden. Dabei entzieht das Wasser der Gelatine die Säure und verbindet sich selbst mit der umgewandelten Zellulose zu Hydrozellulose. Unter Voraussetzung normaler Zimmertemperatur erfolgt bei Fäden und dünnen Platten die Umsetzung in einigen Stunden. Stärkere Stücke erfordern dazu eine Zeit bis zu mehreren Tagen. Die beendigte Entsäuerung und Umsetzung erkennt man daran, daß die Körper Lackmuspapier nicht mehr röten. Mit Vorteil erfolgt dann eine Behandlung mit Alkohol oder Äther, um das überschüssige Wasser zu entfernen. Schließlich trocknet man langsam an der Luft.

Die so hergestellten Fäden besitzen eine glänzende Oberfläche, sind glasartig durchsichtig und von bedeutender Zug- und Biegefestigkeit, so daß sie sich zur Anfertigung von Geweben verwenden lassen. Bei Benutzung zu diesem Zweck ist es jedoch vorteilhaft, die Fäden mit Harzen oder Fetten zu imprägnieren, um ein Aufquellen durch Feuchtigkeit zu verhindern. Dies geschieht bei oder nach der Entwässerung durch Lösungen der Harze und Fette in geeigneten Lösungsmitteln, wie Alkohol, Äther, Benzin u. a. m. Auch können die Fäden gefärbt werden, sei es nach ihrer Herstellung oder durch Hinzufügung von Farben zu der Masse, aus der sie bestehen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Umwandlung von Zellulose in eine formbare Masse von vollkommener Homogenität, dadurch gekennzeichnet, daß der durch starke Schwefelsäure von 70—80% Schwefelsäurehydrat in Sulfozellulose übergeführten Zellulose nachträglich eine schwächere Schwefelsäure von 45—63% Schwefelsäurehydrat beigelegt wird, um die Sulfozellulose während der Formung chemisch beständig zu halten.

2. Das durch Anspruch 1 gekennzeichnete Verfahren mit der Maßnahme, daß die zu verarbeitende Zellulose vorher mit Schwefelsäure von 40—50% Schwefelsäurehydrat durchtränkt wird.

847. R. Langhans, Berlin. Verfahren zur Herstellung einer ver-spinnbaren Masse aus Zellulose.

D.R.P. 82 857 Kl. 29 vom 16. IV. 1893 (gelöscht).

Es gelang, durch Anwendung von reiner Zellulose oder ähnlichen Kohlenhydraten, welche durch Behandlung mit Phosphor- und Schwefelsäurehydraten in Lösung gebracht sind, eine Masse zu erhalten, die, mit geeigneten Flüssigkeiten behandelt, die reine Zellulose in gewässerter Form zurückläßt. Zu diesem Zwecke werden Zellulose oder ähnliche Kohlenhydrate mittels wässriger Alkalilösung und hierauf mit wässriger Salz- oder Schwefelsäurelösung gereinigt; hiernach werden die Zellulosen mit Wasser bis zur neutralen Reaktion gewaschen und bei 40° getrocknet. Diese Zellulosen werden einige Zeit mit verdünnten wässrigen Lösungen von Phosphor-Schwefelsäurehydraten durchtränkt, welche man z. B. erhält, wenn man zu wässriger Phosphorsäure von 33% P_2O_5 -Gehalt so lange Schwefelsäuremonohydrat hinzufügt, bis die Lösung 20% H_2SO_4 -Gehalt aufweist; die Menge des angewendeten Phosphor-Schwefelsäurehydrats soll nicht mehr betragen, als nötig ist, die Zellulosen vollständig zu durchfeuchten; die Dauer der Einwirkung genügt, wenn die Fasern aufzuquellen beginnen. Alsdann wird die Masse mit doppelt gewässelter Schwefelsäure behandelt, und zwar mittels Knetens in einem Knetwerk, und dadurch eine gleichmäßigere Einwirkung erzielt. Ist die Masse homogen geworden, so stellt sie einen zähen Teig dar. In diese Masse wird nun reines konzentriertes Phosphorsäurehydrat eingebracht und durch Kneten gleichmäßig in dem Teig verteilt; dieser verwandelt sich hierbei in einen glashell durchscheinenden zähen Sirup, welcher sich leicht in Fäden ausziehen läßt. Zwecks Erzielung einer größeren Beständigkeit in der Zusammensetzung dieser Masse ist es

vorteilhaft, gewisse Umlagerungen in ihr vorzunehmen, die darin gipfeln, die schnelle selbsttätige Überführung der sauren Zellulosen in Dextrin oder Zuckerkörper zu verlangsamen oder aufzuhalten. Dies erzielt man 1. durch Hinzukneten einer wässerigen Phosphorsäure von 45% H_3PO_4 -Gehalt. Sie spaltet die vorhandenen gelösten sauren Zellulosen in säureärmere Zellulosekörper, die beständiger und langsamer umwandlungsfähig sind. 2. An Stelle von wässerigen Säurelösungen können erfolgreich die Phosphor-, Schwefel- oder Salpetersäureester des Äthylalkohols oder Glycerins verwendet werden. Diese Ester wirken auf die vorhandenen sauren Zellulosen säureabspaltend, indem sie unter Vereinigung mit dem abgespaltenen Säurekomplex Äthersäuren bilden. 3. Schwieriger kann eine derartige Umlagerung erzielt werden, indem man in die Masse in kleinen Anteilen abs. Alkohol oder Glycerin hineintrührt und das Ganze rasch verknetet (wobei Esterbildung eintritt), bis die Masse die gewünschte Konsistenz erreicht hat.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung einer verspinnbaren Masse aus Zellulose oder Holzstoff, dadurch gekennzeichnet, daß diese Materialien nach vorangegangener Reinigung der Einwirkung eines Gemisches von konzentrierter Schwefelsäure und Phosphorsäure oder der folgeweisen Einwirkung dieser Agenzien ausgesetzt werden, bis ein zäher Sirup entstanden ist, der zu Fäden ausgezogen wird.

2. Die Behandlung des nach Anspruch 1 hergestellten Sirups mit den Äthyl- oder Glycerin-Estern der Phosphorsäure, Schwefelsäure oder Salpetersäure oder mit Alkoholen.

In einem Artikel im „Textile Record of America“ 1896, S. 815 und 817, empfiehlt der Erfinder die Nachbehandlung der Fäden mit einer wässerigen Lösung von Chromgelatine; eine dünne, auf dem Faden zurückbleibende Schicht davon erteilt dem Faden nach dem Trocknen hohen Glanz und macht ihn wasserunlöslich. Nach einer Angabe in der Zeitschr. f. Farben- u. Textil-Industrie 1905, S. 383, sind nach den Langhansschen Verfahren hergestellte Produkte nicht in den Handel gekommen.

Nach Hofmann.

848. Dr. K. Hofmann, München. Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen, die zur Erzeugung künstlicher Fäden, künstlichen Roßhaars oder von Filmen geeignet sind.

D.R.P. 227 198 Kl. 29b vom 27. VIII. 1909 (gelöscht).

Es ist bekannt, daß Essigsäure auch im wasserfreien Zustand die Zellulose nicht merklich auflöst, während konzentrierte starke Mineral-säuren die Zellulose zwar lösen, aber auch bei gewöhnlicher Temperatur alsbald so weit abbauen, daß sich brauchbare Fäden aus derartigen Lösungen nicht erhalten lassen (vgl. Zeitschr. f. Farben- u. Textil-Industrie 1905, S. 383 u. 1907, S. 2). Verwendet man Mischungen z. B. gleicher Raumteile konzentrierter Schwefelsäure und Essigsäure, so erhält man allerdings dickflüssige Lösungen; aber auch diese enthalten die Zellulose in stark hydrolysierten Form und lassen sich nicht auf Fäden u. dgl. verarbeiten.

Demgegenüber wurde nun gefunden, daß konzentrierte Phosphorsäure in Mischung mit konzentrierter Essigsäure entsprechend ihrer im Vergleich zur Schwefelsäure schwächeren Säurenatur die Zellulose viel weniger abbaut und doch zu einem zähen Sirup auflöst, aus dem in der üblichen Weise durch Wasser, Laugen, Salzlösungen oder auch durch Alkohole Fäden, Haare oder Filme gewonnen werden, die nach Glanz, Festigkeit und chemischer Beschaffenheit den unter dem Namen Glanzstoff und Viskoseseide bekannten Produkten ähnlich sind, wie die nach C. Schwalbes Angaben in den Ber. d. dtsh. chem. Ges. Bd. 40, S. 1347 u. 4523 bestimmte Kupferzahl = 0,8 zeigt. Dabei tritt nicht etwa Acetylierung der Zellulose ein; denn von den Acetylzellulosen unterscheidet sich der aus Essigsäure-Phosphorsäurelösung erhaltene Stoff durch seine Unlöslichkeit in Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff und Anilin, durch sein Bindungsvermögen für basische Farbstoffe sowie durch seine Zusammensetzung. Bei Prüfung nach Ost (Zeitschr. f. angew. Chem. 1, 995. 1906) konnte gebundene Essigsäure nicht nachgewiesen werden.

Das besondere Lösungsvermögen von Phosphorsäure-Essigsäuremischungen für Zellulose beruht wahrscheinlich auf der Bildung von Phosphoessigsäure, die bei tiefer Temperatur in Kristallen der Zusammensetzung: $\text{PO}_4\text{H}_3 \cdot \text{P}_2\text{O}_9\text{H}_6 : (\text{OCCH}_3)_2$ daraus abgeschieden werden kann. Zur Verwendung kommen in dem neuen Verfahren außer konzentrierter Essigsäure, sog. Eisessig, konzentrierte Phosphorsäure, die man aus Phosphorsäure beliebiger Herkunft und Konzentration gewinnen kann. Dabei erhitzt man zweckmäßig so lange, bis ein eingetauchtes Thermometer 220° zeigt, wobei eine teilweise Umwandlung in Pyrophosphorsäure erfolgt. Durch Zusatz von wasserbindenden Mitteln, wie Essigsäureanhydrid oder Natriumacetat, kann man den Wassergehalt der Mischung auf das erforderliche Mindestmaß herabdrücken. An Stelle der gewöhnlichen, chemisch nicht veränderten Zellulose kann die durch Säuren, Laugen oder Bleichmittel vorbereitete Oxyzellulose oder Zellulosehydrat verwendet werden.

Beispiel: 300 ccm konz. Phosphorsäure werden mit 300 ccm Eisessig vermischt und die Mischung mit 20–25 g Zellulose bei gewöhnlicher Temperatur so lange verrührt, bis eine viskose Masse entstanden ist. Diese läßt sich durch Auspressen aus kapillaren Öffnungen oder engen Schlitzten in die gewünschte Form bringen und durch wässrige oder alkoholische Flüssigkeiten koagulieren. Zur Erhöhung der Festigkeit und des Glanzes werden Fäulen, Waschen und Trocknen unter Spannung vorgenommen.

Patentanspruch: 1. Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen, die zur Erzeugung künstlicher Fäden, künstlichen Roßhaares oder von Filmen geeignet sind, dadurch gekennzeichnet, daß Zellulose, Zellulosehydrat oder Oxyzellulose mit Essigsäure unter Zusatz von Phosphorsäure behandelt werden.

2. Ausführungsform des durch Anspruch 1 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die Phosphorsäure z. T. in Form von Pyrophosphorsäure verwendet wird.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

849. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G. Verfahren zur Herstellung viskoser, beständiger Zelluloselösungen.

Österr. P. 54 819; franz. P. 424 621; brit. P. 309¹⁹¹¹; schweiz. P. 56 146; Ver. St. Amer. P. 1 055 513 (E. Bronnert).

Es ist bekannt, daß die bei der Kunstseidenfabrikation abfallenden Hydrate bestimmter Zusammensetzung sich in Ameisensäure ohne Zusatz eines Kondensationsmittels nach einiger Zeit bei gewöhnlicher Temperatur unter Veresterung zu einer technisch wichtigen Lösung von Zelluloseformiat in Ameisensäure verarbeiten lassen. Gewöhnliche gebleichte oder mercerisierte Zellulose löst sich unter diesen Verhältnissen nicht. Es hat sich nun gezeigt, daß man bei Verwendung eines Gemisches von Ameisensäure und konzentrierter Phosphorsäure auch gewöhnliche Zellulose in Lösung bringen kann. Auch die als Abfälle von der Kunstseidefabrikation bekannten Zellulosehydrate gehen unter diesen Umständen in Lösung, möglicherweise unter Bildung neuer saurer Komplexe. Es ist auch bekannt, daß Essigsäure und Phosphorsäure geeignet sind, Lösung von Zellulose zu bewirken (s. vorstehend). Demgegenüber besitzt das Gemisch Phosphorsäure-Ameisensäure nicht nur den Vorteil größerer Billigkeit, sondern die Lösung geht leicht schon in einigen Stunden vor sich. Es werden z. B. in 1 kg Ameisensäure (etwa 99%), vermischt mit 1 kg konz. Phosphorsäure, 200 g entfettete, schwach gebleichte Baumwolle eingerührt. Nach einigen Stunden hat sich ohne weiteres Rühren die Zellulose in eine bräunliche, sirupöse, viskose Flüssigkeit verwandelt. Ersetzt man die Baumwolle in diesem Beispiele durch Kunstseidenabfälle, so entsteht in der halben Zeit schon ein nur leicht gelb gefärbter Sirup. Die Lösungen sollen in üblicher Weise zu Fäden usw. verarbeitet werden.

Nach Berl.

850. Dr. E. Berl, Brüssel. Verfahren zur Herstellung von zur Kunstseide-, Tüll- und Filmerzeugung und zu plastischen Massen geeigneten Pseudolösungen von Zellulose oder ihr nahestehenden Derivaten.

D.R.P. 259 248 Kl. 29b vom 11. VI. 1912; franz. P. 454 753; belg. P. 253 945; brit. P. 4966¹⁹¹³; österr. P. 66 207; Ver. St. Amer. P. 1 082 490.

Es ist bekannt, daß Schwefelsäure gewisser Konzentration auf Zellulose und die ihr nahestehenden Produkte eine quellende und lösende Wirkung auszuüben vermag. Man hat von dieser Eigenschaft bei der Herstellung des Pergaments, bei der sauren Mercerisation usw. Gebrauch gemacht. *La ngha ns*¹⁾ hat versucht, die lösende Wirkung der Schwefelsäure auf Zellulose zur Herstellung von spinnbaren und gießbaren Massen heranzuziehen. Arbeitet man nach der in dieser Patentschrift wiedergegebenen Vorschrift, so erhält man sehr rasch dünnflüssig werdende Massen, in denen sich reichlich Teile unangriffener Zellulose befinden.

¹⁾ Patentschrift 72 572, siehe S. 679.

Die Filtration derartiger Produkte erweist sich infolgedessen als schwierig durchführbar. Nimmt man die Koagulation, wie in der Patentschrift angegeben, mit Wasser vor, so erhält man Produkte von höchst geringer Festigkeit.

Im Gegensatz hierzu lassen sich wertvolle Quellungen und Lösungen bei Verwendung von Zellulose oder ihr nahestehender Derivate erzeugen, die zur Herstellung von Kunstfäden, künstlichem Tüll, Filmen und plastischen Massen geeignet sind, wenn man bei der Quellung auf die stete Einhaltung tiefer Temperaturen bei Anwendung von Schwefelsäure bestimmter Konzentration (60–77% H_2SO_4 -Gehalt) bedacht ist. Es wird unter diesen Bedingungen die abbauende und wasserentziehende Wirkung der Schwefelsäure auf die Zellulose auf ein praktisch unschädliches Maß beschränkt. Naturgemäß wird dieser vorteilhafte Einfluß tiefer Temperatur während der Koagulation aufrechterhalten werden müssen. Andernfalls tritt die abbauende Wirkung der Schwefelsäure in den Vordergrund, und die erhaltenen Produkte ermangeln der Festigkeit. Es hat sich gezeigt, daß die Koagulationstemperatur ungefähr die gleiche wie die Quellungstemperatur oder noch tiefer sein muß, um zu wertvollen Stoffen zu gelangen. Es kommen demnach als koagulierende Stoffe solche in Betracht, welche auf die notwendige tiefe Temperatur (mindestens -10° oder noch tiefer) abgekühlt werden können. Als vorteilhaft erweisen sich aliphatische Alkohole, wie Methylalkohol, Äthylalkohol und deren wässrige Lösungen, Lösungen von Sulfaten (wie Ammonsulfat), von Phosphaten, ferner verdünnte Schwefelsäuren, deren Schmelzpunkt -10° nicht übersteigt.

Beispiel 1. 1 T. gekühlter, getrockneter und feinst zerfaserner Baumwolle wird in einem Knetapparat mit 12 T. Schwefelsäure von 74% H_2SO_4 bei einer Temperatur von etwa -15° durchgeknetet und einige Zeit der Ruhe überlassen. Es erfolgt die Bildung einer viskosen Masse, welcher im Vakuum die eingeschlossene Luft entzogen werden kann. Nach erfolgter Filtration wird die Koagulation durch Eintragen in auf -20° gekühlten 50%igen Alkohol bewirkt.

Beispiel 2. 1 T. mercerisierter Baumwolle wird mit 12 T. H_2SO_4 von 70% in der Knetmaschine bei einer -15° nicht übersteigenden Temperatur bis zur vollständigen Aufquellung zu einer viskosen Masse durchgearbeitet. Die Koagulation wird durch eine sehr stark unterkühlte wässrige Lösung von Methylalkohol durchgeführt.

Beispiel 3. Hydrozellulose wird mit Schwefelsäure, wie in Beispiel 1 oder 2 beschrieben, bis zur Erhaltung einer homogenen zähflüssigen Masse durchgeknetet und die Koagulation mittels fast zum Gefrierpunkte abgekühlter 25%iger Schwefelsäure bewirkt.

Beispiel 4. Fein zerteilter, sorgfältig getrockneter Holzzellstoff wird mit ebenfalls stark gekühlter 65%iger Schwefelsäure bis zur Erhaltung einer homogenen Masse durchgearbeitet und mit auf -18° gekühlter Ammonsulfatlösung koaguliert.

Beispiel 5. Kunstseideabfälle werden in auf -10 bis -15° gekühlte 60%ige Schwefelsäure eingetragen, bei der tiefen Temperatur bis zu vollständiger, homogener Quellung durchgearbeitet und die Ko-

agulation nach einer der im vorhergehenden beschriebenen Methoden ausgeführt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von zur Kunstseide-, Tüll- und Filmerzzeugung und zu plastischen Massen geeigneten Pseudolösungen von Zellulose oder ihr nahestehenden Derivaten mit Hilfe von Schwefelsäure als Lösungsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß Schwefelsäuren von 60–77% H_2SO_4 -Gehalt in stark gekühltem, die Temperatur von -10° nicht übersteigendem Zustande zur Einwirkung gebracht werden.

2. Verarbeitung der nach Anspruch 1 erhaltenen Lösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Koagulation mit auf die gleiche oder noch tiefere Temperatur gekühlter Koagulationsflüssigkeit durchgeführt wird.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß für die Koagulation aliphatische Alkohole, wie Methylalkohol, Äthylalkohol und deren wäßrige Lösungen, ferner Lösungen von Sulfaten, z. B. Ammonsulfat, endlich verdünnte Schwefelsäuren, deren Schmelzpunkt -10° nicht übersteigt, zur Anwendung gelangen.

Nach Willstätter.

851. Dr. R. Willstätter, Berlin-Dahlem. Verfahren zur Herstellung von mit Wasser, Alkohol oder Salzlösungen fällbaren Lösungen aus Zellulose oder zellulosehaltigen Stoffen in konzentrierter Salzsäure.

D.R.P. 273 800 Kl. 29b vom 25. V. 1913 (übertragen auf Th. Goldschmidt A.-G., Essen-Ruhr); franz. P. 471 479; Ver. St. Amer. P. 1 141 510.

Es wurde gefunden, daß Salzsäuren von ungewöhnlich hoher Konzentration, die sich zwar nicht im Handel befinden, aber durch Aufbesserung der technischen Sorten mit Chlorwasserstoff bei niedriger Temperatur gewonnen werden können, ein wesentlich anderes Verhalten gegen die Zellulosen und die Zellulose enthaltenden Stoffe zeigen als rauchende Säure des Handels mit 37–38% HCl. Es ist mit den hochkonzentrierten Säuren gelungen, sehr rasch und reichlich Zellulose, Hydro-, Hydrat- und Oxyzellulosen sowie Zellulose, die in gebundener Form vorliegt, in Lösung zu bringen; aus Holz und anderen zellulosehaltigen Stoffen wird nämlich ungefähr ebenso rasch und vollständig die Zellulose herausgelöst. Die geeigneten Säuren z. B. von 40,8 und 41,4% HCl liefern 12–15%ige Zelluloselösungen oder homogene Mischungen mit Zellulose. Die Grenze der Anwendbarkeit findet sich also jenseits des Prozentgehaltes unserer üblichen rauchenden Salzsäuren, nämlich beim spez. Gew. 1,199 (15°), d. i. bei einem Prozentgehalt von 38,9; gut geeignet sind erst Säuren mit mindestens 39,5% ClH.

Die Chlorwasserstoffsäure wirkt bei niedriger und bei gewöhnlicher Temperatur nur ziemlich langsam hydrolytisch abbauend auf die Zellulose ein. Daher läßt sich die Polyose durch Absaugen von Chlorwasserstoff mit oder ohne Verdünnen oder unmittelbar durch Verdünnen, z. B. mit Alkohol, Wasser, Salzlösungen, verdünnten Säuren oder Alkalien, als elastische oder gelatinöse Masse ausfällen, oder sie läßt sich beim Auspressen durch Düsen in Fadenform bringen. Die Lösungen sind

geeignet zur Zellstoffgewinnung, zur Herstellung von Zelluloseestern und elastischen Massen, für Filme, Ersatzmittel von Seide u. dgl.

Beispiel 1. 1 T. Baumwolle wurde mit 12—15 T. Salzsäure (Dichte 1,209 bei 15°) bei 15° kurze Zeit geknetet, bis rückstandslos eine viskose Flüssigkeit entstanden ist. Daraus wird das Chlorwasserstoffgas (zusammen mit Luftblasen) zum großen Teil abgesaugt und wiedergewonnen. Sodann preßt man die Lösung durch Düsen in Wasser als Koagulationsflüssigkeit.

Beispiel 2. 1 T. Zellstoff wird mit 6—8 T. Salzsäure (Dichte 1,212 bei 15°) in einem Knetapparat zu einer fast klaren, viskosen Masse angeteigt und zur Verminderung der Viskosität kurze Zeit stehengelassen. Dann erfolgt nach bekannten Verfahren die Koagulation des Kolloids.

Beispiel 3. 1 T. feines Holzmehl wird bei gewöhnlicher Temperatur mit 7 T. Salzsäure (Dichte 1,212 bei 15°) eine halbe Stunde lang verührt, sodann $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{2}$ Stunde stehengelassen. Die Flüssigkeit wird darauf von unlöslichem Lignin abfiltriert und gefällt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von mit Wasser, Alkohol oder Salzlösungen fällbaren Lösungen aus Zellulose oder zellulosehaltigen Stoffen in konzentrierter Salzsäure, dadurch gekennzeichnet, daß zum Lösen Salzsäure von höherer Konzentration als 39% Anwendung findet.

Nach v. Weimarn.

852. Dr. P. von Weimarn, St. Petersburg. Verfahren zur Überführung von Zellstoffen aller Art in den Zustand verschiedenartiger plastischer oder gallertartiger Massen oder einer kolloidalen Lösung.

D.R.P. 275 882 Kl. 29b vom 27. IV. 1912 (gelöscht).

In Wissenschaft und Technik hat die Überzeugung Wurzel gefaßt, daß verschiedene Zellstoffarten nur durch Einwirkung einer verhältnismäßig geringen Anzahl bestimmter Reagenzien in Lösung gebracht werden können, um aus ihr durch Koagulation verschiedene plastisch-gallertartige Massen zu erhalten. Von Lösungen der neutralen Salze wird hierbei verwendet: Zinkchlorid allein oder mit Salzsäure gemischt; ferner ist vorgeschlagen worden, dem Zinkchlorid einen Zusatz von Erdalkalichloriden zu geben. Diese Salze sind der Chlorzinklösung zugesetzt worden, um den Abbau des Zellulosemoleküls abzuschwächen, was bei Schwalbe, „Die Chemie der Zellulose“ 1911, S. 154, klar zum Ausdruck kommt. Später wurden von Dubosc als Lösungsmittel für Zellstofflösungen von Rhodanammonium und -kalium in Vorschlag gebracht, jedoch wird die Löslichkeit des Zellstoffes in einem solchen Reagens von Cross und Bevan bestritten. Überhaupt kann der Fachliteratur (C. Schwalbe, „Die Chemie der Zellulose“, J. G. Beltzer et Jules Persoz, „Les matières cellulosiques“, Paris et Liège 1911, und Walter Vieweg, „Neue Zellstoff-Forschung“, Chem.-Ztg. 31, 85. 1907) mit vollkommener Klarheit entnommen werden, daß außer Cross und Bevan auch andere Fachleute die Löslichkeit des Zellstoffes in Lösungen

neutraler Salze nicht für wahrscheinlich gehalten haben. Man hat sogar (Vieweg, a. a. O., S. 86) zur Erklärung der Löslichkeit von Zellstoff in Rhodanidlösungen zu einer Analogie mit dem Viskoseverfahren Zuflucht genommen und dieserhalb die durchaus unwahrscheinliche Dissoziation von Ammoniumrhodanidlösung $CS_2 + 2 NH_3 = NH_4CNS + H_2S$ für möglich gehalten.

Was die Lösungen saurer Salze oder saure Salzlösungen (wäßrige Säure- und Salzlösungen) anbelangt, so hielt es bereits Schwalbe für möglich (a. a. O. S. 78), daß saure Salze den Zellstoff lösen, während Deming (Chem. Zentralbl. Bd. 2, S. 1435. 1911) gezeigt hat, daß saure Salzlösungen (eine Salzlösung in einer wäßrigen Lösung von Salzsäure und Ameisensäure) neue Lösungsmittel für den Zellstoff vorstellen, und daß die Wirkung von Chlorzinklösungen auf die Wirkung von Salzsäure, welche in den Lösungen zufolge Hydrolyse enthalten ist, zurückgeführt werden muß. Antimontrichlorid und Zinntetrachlorid können bekanntlich in Wasser nicht existieren: sie zerfallen in Salzsäure und in kolloidale Antimon- oder Zinnsäure und z. T. in Oxychloride von Antimon und Zinn. Eine Lösung von Zinnchlorür oxydiert sich beim Kochen und wird durch Wasser zerlegt; man kann aus einer solchen gekochten Lösung durch Eindampfen und Konzentrieren das neutrale Salz oder dessen kristallinisches Hydrat nicht zurückerhalten. H. C. Deming war bestrebt, den Zellstoff dadurch zu lösen, daß man der Lösung Säuren zugab oder aber durch Wahl solcher Verbindungen, welche leicht freie Säuren abscheiden, und zwar derart, daß der Prozeß nicht umgekehrt werden kann. Durch die energische Einwirkung der Säuren hat sich nun bei Deming die Hydrolyse des Zellstoffes leicht bis zur Bildung von Glykose fortgesetzt. Der Zellstoff quillt vor Übergang in eine kolloidale Lösung, gleichviel welches der erwähnten Lösungsmittel verwendet wird, zu einer plastischen Gallerte auf. Betreffs der Quellfähigkeit des Zellstoffes in Lösungen neutraler Salze (von Zinkchlorid abgesehen) ist nur bei Hübner und Pope (s. Schwalbe, a. a. O., S. 83) ein Hinweis zu finden, daß ein solches Quellen des Zellstoffes auch bei konzentrierten Kaliumjodid- und Kalium- oder Bariumquecksilberjodidlösungen stattfindet. Jedoch ist auch dieser Hinweis technisch nie verwertet worden.

Demgegenüber besteht das Wesen vorliegender Erfindung in der Feststellung der Tatsache, daß auch die neutralen Salze in ihrer Gesamtheit den Zellstoff (z. B. Watte, Papier) sowohl in einen gallertartig-plastischen Zustand, als auch in den Zustand einer kolloidalen Lösung zu bringen vermögen, wenn man dafür Sorge trägt, daß die Arbeitsbedingungen (Konzentration, Druck, Temperatur, Einwirkungsdauer) den Eigenschaften des jeweilig verwendeten Salzes angepaßt werden. Je lösbarer das Salz ist (diese Eigenschaft steht in engem Zusammenhang mit der Hydratation), d. h. je weiter die Konzentration der Lösung getrieben werden kann, desto leichter lösbar ist in dieser Lösung der Zellstoff. Daraus folgt, daß man vor allem bestrebt sein muß, die Löslichkeit künstlich, z. B. durch Erhöhung des Druckes, u. U. gleichzeitige Erhöhung von Druck und Temperatur usw., zu steigern. Da der Zell-

stoff vor Übergang in den Zustand einer kolloidalen Lösung verschiedenartige plastische oder gallertartige Zwischenzustände annimmt, so kann man durch Einstellung des Lösungsvorganges in einem beliebigen Stadium stets die gewünschte Zustandsform erhalten.

Die praktische Ausführung des Verfahrens ist sehr einfach. Man füllt z. B. ein Gefäß mit Wasser an, bringt sodann den Zellstoff, z. B. in Form von Watte, in einer Menge von etwa 3 g auf je 100 ccm Wasser hinein und setzt ein Salz (z. B. Strontiumjodid, Bariumrhodanid u. dgl.) unter Erwärmung des Gefäßinhaltes zu. Bei genügender Konzentration und entsprechender Temperatur beginnt die Überführung der Watte in einen gallertartig-plastischen Zustand. Diese Überführung geht unter Umständen schneller vor sich, wenn man den Inhalt des Gefäßes durchmischt. Will man den Zellstoff in einer bestimmten Zustandsform erhalten, so unterbricht man zu entsprechendem Zeitpunkt das Heizen und die Salzzugabe, kühlt ab, wartet die Bildung eines Niederschlages ab, gießt die Lösung von dem Niederschlag und wäscht letzteren mit Wasser, Spiritus oder einer anderen Flüssigkeit, welche geeignet ist, das absorbierte Salz zu entfernen. Die Auswaschflüssigkeiten und die abgezogene Lösung werden von neuem verwertet, nachdem man die Konzentration erhöht oder das Salz eingedampft hat. Anstatt die Bildung eines Niederschlages abzuwarten, kann man die Lösung z. B. mit Wasser verdünnen und die gallertartige Substanz von der verdünnten Lösung durch Filtration abscheiden. Will man dagegen eine kolloidale Lösung erhalten, so setzt man das Erwärmen und das Zusetzen von Salz so lange fort, bis der Lösungsvorgang beendet ist. Aus dieser kolloidalen Lösung kann man Zellstoff in den verschiedensten gallertartigen Zustandsformen durch sehr verschiedene Mittel zurückgewinnen, z. B. durch Verdünnung mittels Wasser, Spiritus, Salzlösungen, durch Eingießen der Zellstofflösung in diese Flüssigkeit usw. Für gewisse Salze, z. B. Natriumjodid, Kalziumbromid und -jodid, Strontiumjodid, Barium-, Kalzium-, Strontium-, Natriumrhodanid und andere, kann das beschriebene Verfahren bei Atmosphärendruck durchgeführt werden, während für andere Salze, z. B. Chlornatrium, Chlorkalium, Natriumsulfat usw., ein erhöhter Druck nötig ist. Die Druckerhöhung kann beliebig erreicht werden, z. B. durch Verwendung von komprimierten Gasen, durch Ausführung des Verfahrens in einem geschlossenen Behälter usw.

Da bei der Spaltungstemperatur des Zellstoffes, welche bei 200° liegt, störende Nebenerscheinungen auftreten, so wird die Lösbarkeit vorzugsweise durch Druckerhöhung bei nur mäßiger Temperaturerhöhung erreicht. Bei Verwendung von Chlornatrium als Lösemittel beginnt der Lösungsprozeß des Zellstoffes bei einer konzentrierten Salzlösung beispielsweise bei 170° und 8 Atm. Arbeitsdruck. Den Arbeitsdruck kann man möglichst niedrig halten, indem man das Aufquellen des Zellstoffes in der Salzlösung bei niedriger oder mäßig erhöhter Temperatur vornimmt. Je länger das Aufquellen in der angedeuteten Weise, z. B. bei Zimmertemperatur, stattfindet, desto leichter und bei desto mäßigerer Temperatur, Konzentration und Druck vollzieht

sich der Übergang des Zellstoffes in den Zustand einer kolloidalen Lösung.

Die Versuche des Erfinders haben gezeigt, daß der beschriebene Zellstoffüberführungs- oder Lösungsvorgang für alle bekannten Salze stattfindet. Der Erfinder hat Versuche mit Haloidsalzen (Chlornatrium, Kalziumbromid, Strontiumjodid, Kalziumjodid), Schwefelsäuresalzen (Natrium-, Kalzium-, Aluminiumsulfat u. a.), Nitraten (Aluminium-, Kaliumnitrat usw.), Rhodaniden (Mangan-, Strontiumrhodanid usw.), Essigsäuresalzen (z. B. von Alkalimetallen) sowie mit Salzen der Sauerstoff-Haloidsäuren (z. B. Bleichlorat usw.) gemacht, und glaubt sich berechtigt, auf Grund dieser umfangreichen Versuche zu behaupten, daß sein in Vorschlag gebrachtes Verfahren der Verarbeitung von Zellstoff allgemeine Anwendung findet. Die Lösungen von Zellstoff in Salzlösungen erstarren beim Erkalten bereits bei etwa 1% Zellstoffgehalt wie Gelatine oder Agar zu durchsichtigen oder halbdurchsichtigen Gallerten, die außerordentlich elastisch sind. Die nach dem obigen Verfahren erhaltenen plastisch gallertartigen Massen können z. B. in bekannter Weise zur Erzeugung von Kunstseide, photographischen Filmen usw. verwendet werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Überführung von Zellstoffen aller Art in den Zustand verschiedenartiger plastischer oder gallertartiger Massen oder einer kolloidalen Lösung, dadurch gekennzeichnet, daß der Zellstoff mit wässrigen Lösungen neutraler Salze, wobei Lösungen der Zinksalze und der Rhodanide von Ammonium und Kalium, des Kaliumjodids und Kalium-Bariumquecksilberjodids ausgeschlossen sind, bei geeigneter, von der Natur des Salzes abhängigen Konzentration, Temperatur, Druck und Einwirkungsdauer bearbeitet wird.

Nach Zellstoffabrik Waldhof und Hottenroth.

853. Zellstoffabrik Waldhof und Dr. V. Hottenroth, Mannheim-Waldhof. Verfahren zur Herstellung von Lösungen aus Zellulose oder zellulosehaltigen Stoffen.

D.R.P. 306 818 Kl. 29b vom 3. I. 1917; schweiz. P. 76 329; brit. P. 132 815; norweg. P. 29 748.

Obwohl die lösende Wirkung von konzentrierter Salzsäure auf Zellulose schon sehr lange bekannt ist, konnte doch diese Säure bis vor wenigen Jahren praktisch keine Verwendung als Zelluloselösungsmittel finden, weil auch die höchstkonzentrierte Salzsäure des Handels (mit etwa 39% HCl) die Zellulose nur schwierig und ganz unvollkommen auflöst. Erst das Arbeiten mit Salzsäure von mehr als 39% HCl ermöglichte es, die Zellulose wirklich restlos zur Auflösung zu bringen¹⁾. Für diese Zwecke ist eine Aufbesserung der technischen Salzsäure durch Einleiten von Chlorwasserstoff bei niedriger Temperatur erforderlich. Diese Aufbesserung der technischen Salzsäure bleibt immer eine umständliche, lästige und unbequeme Arbeit, die außerdem das Verfahren naturgemäß verteuert. Auch ist diese überkonzentrierte Salzsäure noch weniger

¹⁾ Siehe D.R.P. 273 800, S. 686.

bequem zu handhaben als die gewöhnliche konzentrierte Säure, da sie bei Temperatursteigerungen leichter Chlorwasserstoff entbindet.

Vorliegende Erfindung beruht nun auf der Beobachtung, daß man auch mit Salzsäure, welche weniger als 39% HCl enthält, bei gewöhnlicher Temperatur leicht und bequem vollkommene Auflösung der Zellulose erzielen kann, wenn man die Auflösung bei Gegenwart von Schwefelsäure vornimmt. Es ist überraschend, daß z. B. eine Säure, welche nur 34,7% HCl und 5,5% SO_4H_2 neben 59,8% Wasser enthält, Zellulose leicht und schnell aufzulösen vermag, während Schwefelsäure allein erst bei einer Konzentration von etwa 68% SO_4H_2 , und Salzsäure allein, wie erwähnt, erst bei einer solchen von 39,5% lösend auf die Zellulose einwirkt. Infolge dieser Verhältnisse kann auch nicht ein einfacher Ersatz eines Teiles der Salzsäure angenommen werden, anderenfalls ja auch 40%ige Schwefelsäure die Zellulose ebenso auflösen müßte wie 40%ige Salzsäure, was aber nicht der Fall ist, da 40%ige und selbst 60%ige Schwefelsäure bei gewöhnlicher Temperatur auch bei tagelangem Stehen die Zellulose überhaupt nicht merklich angreift. Ebenso wie für Zellulose (in reiner oder gebundener Form) läßt sich das Verfahren auch zur Auflösung von Hydro-, Oxyzellulose usw. verwenden.

Das vorliegende Verfahren hat gegenüber dem obenerwähnten den Vorteil, daß man die unbequeme Herstellung höherkonzentrierter Salzsäuren und die damit verbundene Verteuerung des Verfahrens erspart, daß man mit einer Säure arbeitet, die nicht schwieriger als die gewöhnliche konzentrierte Salzsäure zu handhaben ist, und daß man gegebenenfalls nach erfolgter Lösung einen Teil der Säure (nämlich die zugesetzte Schwefelsäure) leicht durch Fällung beseitigen kann. Auch findet die Auflösung der Zellulose in Gegenwart der Schwefelsäure derart schnell und leicht statt, daß die Annahme einer Art katalytischer Wirkung der Schwefelsäure naheliegt.

Beispiel 1. 10 l gewöhnliche konz. Salzsäure (Dichte 1,19 = 37,2 Gewichtsprozent HCl) werden mit 1 l Schwefelsäure, welche 80 Gewichtsprozent SO_4H_2 enthält, vermischt. In dieses Gemisch (welches also 32,5% HCl neben 10,1% SO_4H_2 enthält) wird 1 kg Baumwolle, am besten unter Wasserkühlung, eingetragen und gut durchgeknetet. Nach kurzer Zeit hat die Zellulose sich zu einer klaren viskosen Flüssigkeit gelöst, aus welcher sie z. B. in Fadenform durch Auspressen aus Düsen in Wasser gewonnen werden kann.

Beispiel 2. In 8 l eines Säuregemisches, welches 29% HCl und 18% SO_4H_2 enthält, wird 1 kg Zellstoff eingetragen und (zweckmäßig unter Kühlung) durchgerührt. Nach 15–20 Minuten erhält man eine klare viskose Lösung, die nach Belieben weiterverwendet wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Lösungen aus Zellulose oder zellulosehaltigen Stoffen, dadurch gekennzeichnet, daß als Lösungsmittel ein Gemisch aus Salzsäure und Schwefelsäure verwendet wird, welches weniger als 39% Chlorwasserstoff enthält.

Nach dem

854. D.R.P. 363 175 Kl. 29b vom 1. IV. 1917, Zus. z. D.R.P. 306 818, dem schweiz. Zus.-P. 77 322 und dem norweg. Zus.-P. 29 763

löst das Zellulosegut sich schneller und vollkommener in dem Salzsäure-Schwefelsäuregemisch, wenn man es vorher mit Alkalien behandelt. Es wird z. B. 1 T. grobzerkleinerter Sulfitzellstoffpappe mit 5 T. etwa 17%iger Natronlauge durchknetet, nach etwa $\frac{1}{2}$ stündigem Stehen mit Wasser verdünnt und die alkalische Flüssigkeit mit den darin gelösten Verunreinigungen durch Abpressen, Abschleudern od. dgl. von der Zellulose getrennt. Der Zelluloserückstand wird dann mit Wasser bis zum Verschwinden der alkalischen Reaktion gewaschen. Zweckmäßig läßt man dann noch einige Waschungen mit angesäuertem Wasser folgen und wäscht die Säure wieder mit reinem Wasser aus. Das so gereinigte Gut wird getrocknet und löst sich dann leicht in einem Gemisch, welches z. B. 35% HCl neben etwa 10–12% H_2SO_4 enthält.

Der Anspruch des D.R.P. lautet:

Abänderung des Verfahrens zur Herstellung von Lösungen von Zellulose oder zellulosehaltigen Stoffen nach Patent 306 818, dadurch gekennzeichnet, daß das Zellulosematerial einer alkalischen Vorbehandlung unterworfen wird.

Nach International Cellulose Company.

855. International Cellulose Company, Reno, Nevada (V. St. A.). Verfahren zum Auflösen von Zellulose.

Schweiz. P. 79 809; Ver. St. Amer. P. 1 218 954 (Z. Östenberg); brit. P. 104 173.

Das Verfahren betrifft das Auflösen von Zellulose mittels Salzsäure. Zum Auflösen von Zellulose wurde vorgeschlagen, ein Gemisch von Salzsäure mit schwefliger Säure, oder ein solches von Salzsäure und Salpetersäure anzuwenden und bei verhältnismäßig hoher Temperatur, nämlich bei über 100° , zu arbeiten. Man hat weiter die Verwendung von Salzsäure mit einem 39% übersteigenden Stärkegrade zum Auflösen von Zellulose bei unter 100° liegenden Temperaturen, z. B. bei gewöhnlicher Luftwärme, in Vorschlag gebracht. Vorliegender Erfindung gemäß wird das Auflösen von Zellulose mit Hilfe eines Gemisches von Salzsäure und einer anderen anorganischen Säure, welche konzentriert ist und mit Salzsäure nicht chemisch reagiert, bewirkt. Zur Ausübung des Verfahrens eignet sich namentlich Schwefelsäure oder Phosphorsäure. Das neue Verfahren ermöglicht es, Zellulose unter Anwendung wässriger Salzsäure von weniger als 39% Gehalt bei einer 50° nicht übersteigenden Temperatur in Lösung zu bringen. Man kann indessen auch bei Temperaturen bis zu 100° arbeiten. Mit einem genügenden Zusatz konz. Schwefel- oder Phosphorsäure kann Salzsäure von schwächerer Konzentration als jener der Handelsäure (35,5–37,5% HCl) benutzt werden. So sind von der Erfinderin Säuren von der Konzentration 25–30% HCl verwendet worden. Durch Auflösung von Zellulose in der geeigneten Säuremischung können Zelluloselösungen bis zu 17%iger Konzentration erreicht werden. Je stärker die Konzentration der Salzsäure ist, desto

größer ist der Betrag aufgelöster Zellulose. Die gewonnenen Lösungen können gewerblich oder wissenschaftlich nutzbar gemacht werden, da die Zellulose auf verschiedene Art und Weise zurückgewonnen werden kann. Man kann sie auch hydrolisieren lassen, und die durch Hydrolyse gewonnene Glykose kann gewonnen oder zu Alkohol fermentiert werden. Es wird z. B. 1 kg luftgetrocknete Baumwolle mit etwa 6 kg einer Mischung von 9 Gew.-T. Salzsäure (37% HCl) mit 1 Gew.-T. konz. Schwefelsäure, welche Mischung man in einem Behälter unter Kühlen hergestellt hat, geknetet. Wenn Chlorwasserstoff entweichen sollte, wird die Lösung in passender Weise gekühlt. Hierbei wird eine dicke, zähflüssige Masse erhalten. Oder es wird 1 kg luftgetrocknete Baumwolle mit etwa 6 kg einer Mischung von 2,47 kg Salzsäure (37%) und 3,53% Phosphorsäure (85%) geknetet. Aus der dadurch entstehenden dicken, zähflüssigen Masse kann durch Absaugen ein großer Betrag des Chlorwasserstoffs zurückgewonnen werden, wobei Luftblasen gleichzeitig entfernt werden. In der Bezeichnung „Zellulose“ sind die sog. Oxyzellulose, die Hydrozellulose und die Holzzellulose einbegriffen. Lignin ist in der angewendeten Säuremischung unlöslich und wird unaufgelöst gelassen, wenn z. B. Holz als Zellulose enthaltendes Material benutzt wird.

Nach Ostenberg.

856. Z. Ostenberg, San Francisco, Kal. (International Cellulose Comp., Reno, Nev.). Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen.

Ver. St. Amer. P. 1 242 030.

Man behandelt Zellulose mit der Mischung aus einem Chlorid und Schwefelsäure von mehr als 60% Stärke.

857. Z. Ostenberg, San José, Kal. Verfahren zum Lösen von Zellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 315 393.

Zum Lösen dient eine Mischung von Salzsäure, Schwefelsäure und Phosphorsäure.

858. Z. Ostenberg, San José, Kal. (International Cellulose Company, Reno, Nevada). Verfahren zum Lösen von Zellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 348 731 vom 3. VIII. 1920.

Die Zellulose (Oxy-, Hydro- oder Lignozellulose) wird mit einem Gemisch von konz. Salzsäure (37% HCl) und konz. Schwefelsäure bei einer Temperatur unter 50° in Lösung gebracht.

859. Z. Ostenberg, San José. Verfahren zur Herstellung von Lösungen von Zellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 355 415 vom 12. X. 1920.

Man mischt die Zellulose mit einem Lösungsmittel, das man durch Mischen von Kalziumchlorid mit Schwefelsäure von mehr als 60% hergestellt hat (?).

Nach Elektro-Osmose, A.-G.

860. Elektro-Osmose, A.-G. (Graf-Schwerin-Gesellschaft), Berlin.
Verfahren zur Reinigung und Veredlung von Zellulosepräparaten.

D.R.P. 296 053 Kl. 78c vom 17. VI. 1914 (gelöscht).

Nach dem Verfahren sollen Zellulosepräparate, besonders Zelluloseester von die Haltbarkeit und Verwendbarkeit beeinträchtigenden Elektrolyten befreit werden. Dem Verfahren kann Viskose, Acetyl- und Formylzellulose sowie Nitrozellulose unterworfen werden. Zelluloseester werden so hergestellt, daß Zellulose mit Säuren zusammengebracht wird unter Benutzung eines sog. Katalysators. Als solcher kommen hauptsächlich Schwefelsäure, schwefelsaure Salze, Eisenchlorid u. a. m. in Betracht. Die fertigen Produkte enthalten von der Herstellung her immer noch Reste von Säuren, die auf die Haltbarkeit und Verwendbarkeit der Fertigprodukte ungünstig einwirken, z. B. Kunstseideprodukte sind zuweilen wenig haltbar. Trotz andauernden Auswaschens ist es nicht gelungen, die von den Stoffen zurückgehaltenen Elektrolytreste zu beseitigen und vollständig katalysatorfreie Produkte zu erhalten. Nach der vorliegenden Erfindung wird dies dadurch erreicht, daß man die Zellulosepräparate zwischen Diaphragmen dem elektrischen Stromgefälle aussetzt. Die durch Adsorption zurückgehaltenen Katalysatorreste werden durch die Einwirkung des elektrischen Stromes gelöst. Es findet eine Trennung der Elektrolytreste durch Desadsorption statt, die Reste werden, soweit es sich um Säuren handelt, durch das Diaphragma in den Anodenraum geschafft. Das Diaphragma muß dabei indifferent oder zweckmäßig elektropositiv sein. Zweckmäßig befinden die zu behandelnden Produkte sich in gequollenem Zustand, d. h. man behandelt sie vor dem Trocknen. Bei Viskose, die in Wasser quillt, ist auch eine nachträgliche Behandlung angängig.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Reinigung und Veredlung von Zellulosepräparaten, dadurch gekennzeichnet, daß man die Stoffe in gequollenem Zustande zwischen Diaphragmen der Wirkung des elektrischen Stromes unterwirft.

2. Kontinuierliches Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gut zwischen den mit vorgeschalteten Diaphragmen versehenen Elektroden hindurchgeführt wird.

Eine Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens ist in der Patentschrift abgebildet.

Nach dem

861. Zusatzpatent 305 118 Kl. 78c vom 18. III. 1917 (gelöscht)

werden die sauren Bestandteile, die nur sehr langsam wandern, elektrisch aktiver gemacht, wenn man alkalisch reagierende Elektrolyte in kleinen Mengen zusetzt. Zweckmäßig hält man die zwischen den Diaphragmen der Einwirkung des elektrischen Stromes ausgesetzten Stoffe durch z. B. Ammoniak oder Natriumhydroxyd schwach alkalisch und sorgt dafür, daß die schwache Alkalität während des ganzen Arbeitsvorganges bleibt.

Die Reinigung der Stoffe kann dann in viel kürzerer Zeit durchgeführt werden als ohne solche Zusätze.

Patentanspruch: Abänderung des Verfahrens gemäß Patent 296 053, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren bei Gegenwart alkalisch reagierender Stoffe vorgenommen wird.

Nach Thomson.

862. O. S. Thomson, Alameda, Kal. Verfahren zum Auflösen von Zellulose.

Niederl. P. 4847.

Als Lösungsmittel dienen geeignete Mischungen von Salzsäure und Schwefelsäure oder von Salzsäure und Phosphorsäure. Es ist bekannt, durch Einleiten gasförmiger Salzsäure stark konz. Salzsäure zum Auflösen von Zellulose zu verwenden. Dies Verfahren ist teuer und unbequem, statt der gasförmigen Säure wird hier konz. Schwefel- oder Phosphorsäure verwendet. Man nimmt Salzsäure von ungefähr 37%, die erhaltenen Lösungen sind technisch brauchbar, die Zellulose kann in verschiedener Weise verwendet werden. Man löst z. B. 1 kg lufttrockene Baumwolle durch Kneten in 10 kg eines Gemisches aus 9 Gewichtsteilen Salzsäure von 37% HCl und einem Gewichtsteil konz. Schwefelsäure. Sollte gasförmige Salzsäure entweichen, so wird ordentlich gekühlt. Man erhält eine dicke, schleimige Masse, die gereinigt und durch Öffnungen in eine geeignete Fällflüssigkeit gepreßt werden kann, z. B. in Wasser, verdünnte Säure, verschiedene Salzlösungen u. a. m., oder man knetet 1 kg lufttrockener Baumwolle mit ungefähr 10 kg eines Gemisches aus 1 Raumteil Salzsäure von 37% HCl und 1 Raumteil Phosphorsäure von 85%. Man erhält eine dicke schleimige Masse, aus der man einen großen Teil der Salzsäure durch Absaugen wiedergewinnen kann, wobei zu gleicher Zeit die Luftblasen entfernt werden. Die hinterbleibende Masse wird durch Öffnungen in ein geeignetes Fällungsmittel gepreßt.

Nach Clayton, Huebner und Williams.

863. E. Clayton, J. Huebner und H. Williams (Manchester Oxide Company Ltd.). Verfahren zum Behandeln von Zellulose.

Ver. St. Amer. P. 1 301 652 vom 22. IV. 1919; schweiz. P. 90 460 vom 28. XII. 1918 (Prior. Engl. 1. XII. 1917 und 27. VI. 1918); niederl. P. 8351 vom 14. I. 1919; franz. P. 494 234.

Zur Herstellung von Lösungen wird Zellulose mit einer Thiocyanatlösung erhitzt. Man verwendet entweder in Wasser lösliche oder neben ihnen wasserunlösliche Thiocyanate, welche aber in den Lösungen der erstgenannten Thiocyanate löslich sind. Mitverwendung die Behandlung nicht störender Salze, wie Chlorkalzium, kann vorteilhaft sein. Ansäuern, z. B. mit Essigsäure, beschleunigt die Lösung. Die Erzeugnisse dienen zur Herstellung von Fäden usw.

Über das Lösen von Zellulose in Thiocyanatlösungen, besonders Kalziumthiocyanatlösungen und Gemischen davon mit Kalziumchlorid, s. H. E. Williams, Journ. soc. chem. ind. vom 15. X. 1921, S. 221 bis

222 T. Dort ist auch eine Beobachtung von C. F. Croß erwähnt, daß eine kalte Mischung von 4 T. Kalziumthiocyanatlösung vom spez. Gew. 1,38 mit 1 Raumteil Formaldehyd von 40%, die für sich nicht löst, die Zellulose löst, wenn man mit dem gleichen Raumteil Wasser verdünnt. Erwärmt man die ursprüngliche Lösung vor dem Verdünnen schwach und setzt nach und nach geringe Mengen Wasser zu, so wird die Lösung dicker und dicker und alle Zellulose geht in Lösung. Man kann so Lösungen bis zu 4% Zellulose erhalten.

Vgl. hierzu ferner A. Dubosc, Rev. de sproduits chimiques, Bd. 26, S. 507—510 und Rev. mensuelle du blanchissage usw., Bd. 28, S. 27 bis 28 u. 91—92.

Nach Fürst.

864. K. Fürst, Berlin-Friedenau. Reinigen von Zelluloselösungen.

Brit. P. 171 384 vom 8. XI. 1921 (Prior. 11. XI. 1920); franz. P. 542 736.

Zelluloselösungen, wie sie zum Spinnen künstlicher Fäden benutzt werden, werden dadurch von fremden ungelösten Teilchen befreit, daß man sie stark zentrifugiert. Die Abscheidung des Ungelösten kann in einem rasch umlaufenden hohlen Zylinder geschehen, der oben flaschenförmig gestaltet und senkrecht in Kugellagern aufgehängt ist. Die Lösung tritt durch eine Öffnung unten im Zylinder ein, fließt oben über und wird in einer umlaufenden Rinne gesammelt, die durch die Schleuderkraft ausgeschiedenen festen Teile sammeln sich als feste Lage längs der Zylinderwandungen und werden von Zeit zu Zeit entfernt. Zu einer wirksamen Abscheidung muß die Schleuderkraft stärker sein, als sie gewöhnlich angewendet wird; so muß z. B. ein Zylinder mit einem inneren Durchmesser von 10 cm 15 000 Umdrehungen oder mehr in der Minute machen.

Nach Mitscherling.

865. W. O. Mitscherling, Wilmington, Del. (Atlas Powder Company, Wilmington). Verfahren zur Herstellung und Konservierung viskoser Lösungen von Zellulose zur Herstellung von Filmen, Fäden und Fasern.

Ver. St. Amer. P. 1 415 040 vom 9. II. 1922, ert. 9. V. 1922.

Um viskose Lösungen von Zellulose vor Zersetzung zu bewahren, setzt man ihnen Natriumthiosulfat in Mengen von 1% der in der Lösung benutzten Zellulose zu.

Nach Badische Anilin- und Soda-Fabrik.

866. Badische Anilin- und Soda-Fabrik, Ludwigshafen a. Rhein. Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen.

D.R.P. 408 821 Kl. 22h vom 30. XII. 1922.

Es wurde gefunden, daß Zellulose beliebiger Art und Herkunft von Chloral in Gegenwart tertiärer organischer Basen bei erhöhter Temperatur in kurzer Zeit aufgelöst wird. Die so erhaltene, sehr viskose Lösung hinterläßt beim Verdunsten des Lösungsmittels die Zellulose als Chloralverbindung in Form einer klaren, durchsichtigen Haut und

kann zu Lacküberzügen, Filmen u. dgl. verwendet werden. Man kann aber auch die Zellulose oder ihre Chloralverbindung aus der Lösung ausfällen durch Anwendung eines Fällbades aus Wasser, Säuren, Alkalien, Kohlenwasserstoffen oder ihren Derivaten, Alkoholen, Aldehyden usw. und die Lösung so nach bekannten Methoden zur Herstellung von Kunstfäden, Filmen, plastischen Massen usw. benutzen.

Beispiel. In eine Mischung von 4 T. Chloral und 8 T. Pyridin trägt man 1 T. Zellulose ein und erwärmt auf ca. 90–95°. Die Zellulose quillt sofort auf und ist nach ca. 2 Stunden zu einer klaren, gelbbraunen Flüssigkeit gelöst.

Die Lösung ist unbegrenzt lange haltbar. Statt des Pyridins lassen sich auch andere tertiäre Basen, wie Chinolin und andere, verwenden. Auch können der Lösung gegebenenfalls geeignete wasserfreie Verdünnungsmittel und andere geeignete Zusätze beigelegt werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß man Zellulose mit Chloral in Gegenwart tertiärer organischer Basen behandelt.

Nach Lilienfeld.

867. L. Lilienfeld, Wien. Herstellung von Zelluloselösungen.

Brit. P. 216 475 vom 2. VII. 1923 (Prior. 25. V. 1923).

Zellulose oder Zelluloseumwandlungsprodukte werden mit einem Ammoniak- oder Schwefelderivat von Kohlendioxyd in Gegenwart von wäßrigem Alkali behandelt. Geeignet sind z. B. Thioharnstoff, Guanidin, Dicyandiamid und der Karbaminsäureester des $\alpha \cdot \alpha$ -Dichlorisopropylalkohols. Die Lösungen können zur Herstellung künstlicher Seide dienen.

868. L. Lilienfeld, Wien. Herstellung von Zelluloselösungen und Kunstseide usw. daraus.

Brit. P. 217 166 vom 29. VI. 1923 (Prior. 5. VI.).

Zur Lösung von Zellulose oder Zelluloseumwandlungsprodukten werden starke organische Basen, z. B. quaternäre Ammoniumbasen, in Gegenwart oder Abwesenheit von Ätzalkali verwendet. Als geeignet werden genannt Tetramethyl- oder Tetraäthylammoniumhydroxyd, Phenyltrimethylammoniumhydroxyd und Guanidin. Die Reaktion wird ausgeführt in wäßriger Lösung und bei Zimmertemperatur oder darunter, je nach dem verwendeten Ausgangsstoff und der Gegenwart oder Abwesenheit von Alkali. Nach einem Beispiel wird auf – 8 bis – 11° abgekühlt.

Nach Classen.

869. A. Classen, Aachen. Verbesserte Herstellung zellulosehaltiger Lösungen.

Brit. P. 236 281 vom 2. IV. 1924.

Bei dem Willstätterschen Verfahren¹⁾ wird verhältnismäßig viel starke Salzsäure gebraucht, z. B. 7 T. Salzsäure vom spez. Gew. 1,212

¹⁾ Siehe S. 686.

bei 15° auf 1 T. feines Holzpulver. Man kommt mit erheblich kleineren Mengen Salzsäure aus, wenn man bei 20—40° unter Rühren in Gegenwart von Kontaktstoffen arbeitet, die von der Säure nicht angegriffen werden. Als Kontaktstoffe kommen in Betracht Platinmetalle, Wolfram, Molybdän, ihre Legierungen wie Ferrowolfram, Ferrovanadin oder Silizide. Man mischt z. B. 1 T. Sägemehl mit 20—30% Wasser mit flüssiger Salzsäure beliebiger Konzentration und rührt bei gewöhnlicher Temperatur unter Einleiten von Salzsäuregas in Gegenwart von Stücken des Kontakts durch. Man erhält schnell einen Brei und danach eine Lösung, die sich von umgelöstem Lignin leicht trennen läßt.

Filtrier- und Entlüftungseinrichtungen für die Spinnlösung.

Nach Rheinische Kunstseide-Fabrik.

870. Rheinische Kunstseide-Fabrik A.-G., Aachen. Filtriervorrichtung, insbesondere für Kunstseide-Spinnlösung.

D.R.P. 246 780 Kl. 12d vom 14. II. 1911 (gelöscht).

Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß der oberhalb der auswechselbaren Filterfläche auf dem Filterkasten angeordnete Deckel mit einem U-förmigen Eintrittskanal für das zu filtrierende Gut versehen

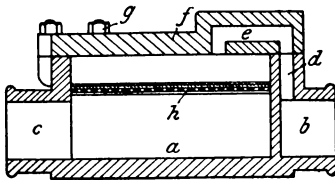


Fig. 269.

ist, so daß auch bei seitlicher Anordnung des Zuleitungskanales ein Aufbringen des Filtergutes auf die Filterfläche von oben möglich ist. Dabei wird zweckmäßig die Anordnung so getroffen, daß die Eintrittsöffnung für das Gut sich seitlich am Filterkasten, der Austrittsöffnung gegenüber, befindet und durch einen in der Wandung des Filter-

kastens liegenden Kanal mit dem U-förmigen Eintrittskanal des Deckels in Verbindung steht, der auf dem Kasten festgeschraubt werden kann. Auf diese Weise wird ermöglicht, das Filter sehr hoch in dem Filterkasten anzuordnen und dadurch sehr weite Zuführungs- und Abführungsöffnungen für das Gut vorzusehen, ohne den beanspruchten Raum wesentlich vergrößern zu müssen. Auch braucht die Zuführung des Gutes nicht am Rande der Filterplatte, sondern kann von oben her über der Platte erfolgen, so daß eine bessere Verteilung des Gutes auf der Filterplatte ermöglicht wird. Andererseits wird durch diese Konstruktion die Auswechslung des Filters leicht und ohne jeden Verlust von Spinnflüssigkeit ermöglicht, da zur vollständigen Freilegung des Filters nur das Abschrauben des Deckels erforderlich ist, mit dem zugleich der Eintrittskanal entfernt und wieder befestigt wird. In Fig. 269 ist eine Ausführungsform des Erfindungsgegenstandes in senkrechtem Schnitt gezeigt. Der Filterkasten *a* ist an den einander gegenüberliegenden Schmalseiten mit der Eintrittsöffnung *b* und der Austrittsöffnung *c* versehen. Von der Eintrittsöffnung *b* steigt ein in der Wandung des Kastens *a* liegender Kanal *d* in die Höhe und mündet in einen

U-förmig gekrümmten Kanal *e*. Dieser befindet sich in dem Deckel *f* des Filterkastens, welcher mittels Schrauben od. dgl. *g* auf dem Kasten *a* befestigt werden kann. Im Innern des Kastens *a* befindet sich in dessen oberem Teile über der Austrittsöffnung *c* die mit dem auswechselbaren Filter versehene Filterplatte *h*. Die Befestigung der Platte *h* ist beliebig.

Das zu filtrierende Gut dringt bei *b* in den Kasten ein, steigt durch die Kanäle *d* und *e* in die Höhe und gelangt aus dem letzteren von oben her auf das Filter, worauf die filtrierte Lösung nach dem Durchtritt durch das Filter durch die Öffnung *c* abfließt. Soll das Filter ausgewechselt werden, so braucht man nur die Schrauben *g* zu lösen und den Deckel und mit ihm den Kanal *e* abzunehmen, so daß die ganze Fläche des Filters *h* freigelegt wird.

Patentansprüche: 1. Filtriervorrichtung, insbesondere für Kunstseidespinnlösung, dadurch gekennzeichnet, daß der oberhalb der auswechselbaren Filterfläche (*h*) angeordnete Deckel (*f*) des Filterkastens (*a*) mit einem **U**-förmigen Eintrittskanal (*e*) für das zu filtrierende Gut versehen ist, so daß auch bei seitlicher Anordnung des Zuleitungskanals (*b*) ein Aufbringen des Gutes auf die Filterfläche (*h*) von oben möglich ist.

2. Filtriervorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuleitung (*b*) für das Gut sich seitlich am Filterkasten (*a*), der Austrittsöffnung (*c*) gegenüber, befindet und durch einen in der Wandung des Filterkastens liegenden Kanal (*d*) mit dem **U**-förmigen Eintrittskanal (*e*) des Deckels (*f*) in Verbindung steht.

Nach La Soie de Basècles.

871. La Soie des Basècles Société anonyme, Basècles (Belg.). Filter für dicke oder zähe Flüssigkeiten aus linsenförmigen, aufeinandergeschichteten Elementen mit radialen Rippen.

D.R.P. 245 440 Kl. 12d vom 15. V. 1910 (gelöscht).

Innerhalb der linsenförmigen, aufeinandergeschichteten Elemente sind radiale Kanäle angeordnet, die das Filtrat nach einem zentralen Abflußkanal leiten. Die Elemente bestehen in an sich bekannter Weise aus einem schalenförmigen und einem plattenförmigen Teil, von denen ersterer jedoch in seiner Höhlung mit radialen Führungsrippen versehen ist, auf deren freien Kanten der plattenförmige Teil aufliegt, so daß der Boden des schalenförmigen Teils und der plattenförmige Teil gegen den auf ihre äußeren Seiten wirkenden Druck gestützt werden. Diese beiden Teile sind von konischen, dicht nebeneinander angeordneten Löchern durchbrochen, deren kleinere Weiten gegen das Innere der Elemente gerichtet sind, und deren außen liegende größere Weiten durch die Filtertücher abgedeckt sind, wodurch die Filterfläche möglichst vollkommen ausgenutzt wird. Bei diesem Aufbau der Filterelemente, zwischen die die zu filtrierende Flüssigkeit vom äußeren Rande eintritt, ist schädlicher Raum soviel als möglich vermieden, was deshalb wichtig ist, weil damit der Verlust der zu behandelnden Flüssigkeit beim Zerlegen des Filters gering gehalten wird und andererseits der Aufbau sich

rasch ausführen läßt, wobei die Abdichtung der Filtertücher z. T. beim Zusammendrücken der Elemente erhalten wird.

Fig. 270 ist ein Längsschnitt des Filters, Fig. 271 zeigt einen Querschnitt. Fig. 272 veranschaulicht einige linsenförmige Elemente in ihren Einzelheiten im Schnitt. Die Filterelemente *A*, die aus Metall, z. B. Aluminium, bestehen, sind jedes aus zwei übereinander liegenden

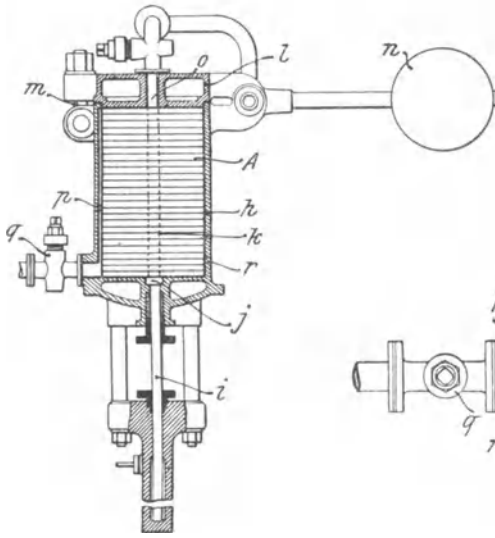


Fig. 270.

Teilen zusammengesetzt, und zwar: 1. einer mit radialen Rippen versehenen Platte *a* (Fig. 271 und 272), die leicht konisch gestaltet ist, derart, daß die Stirn-

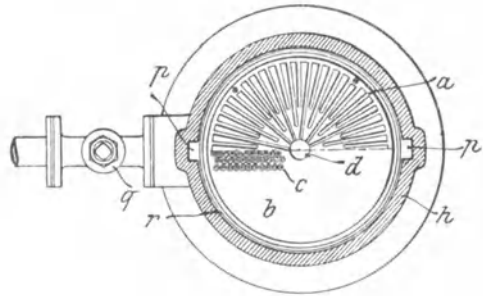


Fig. 271.

flächen zweier benachbarter Platten am Umfange der Elemente beim Aufeinanderschichten der letzteren zwischeneinander einen Raum von einigen Millimetern frei lassen, während sie in der Mitte sich berühren; 2. einer Platte *b*, die durch Schrauben an ersterer Platte befestigt ist und den zwischen den obenerwähnten Rippen befindlichen

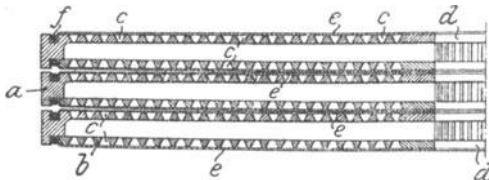


Fig. 272.

Raum vollkommen bedeckt. Die beiden Teile *a* und *b* sind von konischen Öffnungen *c* durchsetzt, die so dicht wie möglich nebeneinander vorgesehen sind, und durch die die allen Filterelementen gleichmäßig zufließende filtrierte

Flüssigkeit nach einer mittleren Durchbrechung *d* abfließt, die erheblich größer ist und den Sammelraum für den Abfluß der filtrierte Flüssigkeit bildet. Ein Filterstoff *e* aus einer oder mehreren Lagen von Baumwolle, Gaze od. dgl. ist über die Platten *a* und *b* gezogen und wird durch in kreisförmigen Nuten liegende Drähte oder Metallbänder *f* festgehalten, die den Stoff auf das Metall drücken. Rings um die mittlere Durchbrechung *d* ist der Stoff zwischen zwei Elementen

eingeklemmt. Die linsenförmigen Elemente A sind in einem Gehäuse h übereinandergeschichtet, worin sie durch den Kolben i (Fig. 270) einer am unteren Ende des Gehäuses angeordneten hydraulischen Presse aufeinandergedrückt werden, derart, daß die Flüssigkeit nur durch die Filterstoffe e hindurchgelangen kann. Der Kolben i ist an seinem oberen Ende mit einem zylindrischen Kopf j versehen, der gleichzeitig den durch die Durchbrechungen d gebildeten mittleren Sammelkanal k verschließt. Der hydraulische Druck wird während der ganzen Zeit des Filtrierens aufrechterhalten. Das Gehäuse ist oben durch einen Deckel l verschlossen, der durch Gelenkschrauben m in seiner Stellung festgehalten wird; ein Gegengewicht n erleichtert das Abheben dieses Deckels. Eine in der Mitte des Deckels vorgesehene Öffnung o , die an den mittleren Kanal k anschließt, ist mit einer äußeren Rohrleitung verbunden und hat den Zweck, der filtrierten Flüssigkeit den Abfluß zu gestatten. Das Gehäuse h ist ferner mit Nuten p oder senkrechten Kanälen versehen, die sich über die ganze Höhe des erwähnten Gehäuses bis auf einige Millimeter vom Ende erstrecken. In diese Kanäle tritt die zu filtrierende Flüssigkeit von außen durch Vermittlung eines Hahnes q unter Druck ein, und sie verteilen sie über die linsenförmigen Elemente A . Die Anzahl der Nuten und der Hähne kann je nach der Leistungsfähigkeit des Filters verschieden sein. Die innere Fläche des Gehäuses h und der Boden des Deckels l sind mit einer Ausfütterung r aus Kupfer versehen, die die Berührung der Flüssigkeit mit dem Metall des Gehäuses und des Deckels verhütet.

Patentanspruch: Filter für dicke oder zähe Flüssigkeiten aus linsenförmigen, aufeinandergeschichteten Elementen mit radialen Rippen und Aussparungen, welche letztere das Filtrat nach dem zentralen Abflußkanal führen, dadurch gekennzeichnet, daß jedes Element aus einem schalenförmigen und einem plattenförmigen Teile in folgender Weise zusammengesetzt ist: Der schalenförmige Teil (a) trägt in seiner Höhlung die radialen Führungsrippen, der plattenförmige Teil (b) wird auf dem schalenförmigen in der Weise befestigt, daß er auf die freien Kanten der Rippen zum Aufliegen kommt, und der Boden des schalenförmigen Teiles und der plattenförmige Teil sind durch dicht nebeneinander liegende konische Löcher (c) durchbrochen, deren kleinere Weiten gegen das Innere des Elementes gerichtet und deren größere Weiten durch Filterkörper (Filtertücher e) abgedeckt sind.

Nach Boisson.

872. A. Boisson. Vorrichtung zum Filtrieren von Zelluloselösungen, die zur Herstellung glänzender Fäden dienen sollen.

Franz. P. 436 555.

Die Vorrichtung, die in der Spinddüse etwas vor der Platte mit den Spinnöffnungen angebracht wird, besteht aus einer zweiteiligen Kammer, die den Filterstoff — Leinwand, Watte oder Metallgewebe — aufnimmt. Der Filterstoff wird gestützt durch ein Metallgewebe, das auch selbst

als Filter dienen kann. Durch eine Schraubkappe wird das Filter und die Platte mit den Spinnöffnungen auf dem Rohr, welches die Spinnlösungen zuführt, festgehalten. (2 Zeichnungen.)

Nach Hartogs.

873. Dr. J. C. Hartogs, Arnhem, Niederlande. Vorrichtung zum Filtrieren von spinnbaren Zelluloselösungen.

D.R.P. 257 144 Kl. 29a vom 15. V. 1912 (gelöscht).

Nach der Erfindung wird eine zu filtrierende Zelluloselösung durch einen Kanal zu einer um einen Kern herumlaufenden, schraubenförmig verlaufenden Rinne geführt. Diese Rinne bildet nur eine einzige Windung um den Kern. Der Kern ist nun weiter auf seinem ganzen Umfange derart mit nebeneinanderliegenden schrägen Kanälen versehen, daß diese

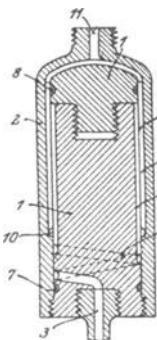


Fig. 273.



Fig. 274.

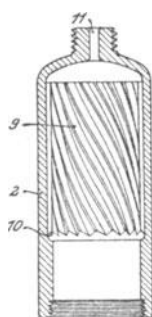


Fig. 275.

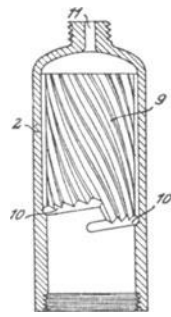


Fig. 276.

in der schraubenförmigen Rinne ausmünden und den Kern zu einer mehrgängigen Schraubenspindel ausbilden. Der Filterbelag ist zwischen dem Kern und einem mit ähnlichen Kanälen versehenen Mantel eingeklemmt. Die Kanäle in der Innenwand des Mantels verlaufen gleichfalls schraubenartig, jedoch in entgegengesetzter Richtung wie die des Kernes, so daß der Filterbelag nur an den Kreuzpunkten der Schraubengänge des Kernes und des Mantels festgeklemmt wird. Auf der Zeichnung ist ein Ausführungsbeispiel der Vorrichtung dargestellt, und zwar ist Fig. 273 ein senkrechter Längsschnitt durch die Vorrichtung, wobei (ebenso wie in Fig. 275 und 276) der Schnitt im Verlaufe der schraubenförmigen Längskanäle gedacht ist, Fig. 274 eine Ansicht des Kernes der Vorrichtung, Fig. 275 und 276 sind senkrechte Längsschnitte durch den Mantel in zwei Ausführungsformen, Fig. 277 ist ein Querschnitt der Fig. 273 und Fig. 278 eine Oberansicht des Kernes gemäß Fig. 274.

Die Vorrichtung besteht aus einem Kern 1 mit darübergestülptem Mantel 2. Der Kern ist mit einem Zuführungskanal 3 versehen, welcher in eine schraubenförmig um den Kern verlaufende, eine einzige Windung bildende Rinne 4 ausmündet. Von der Rinne 4 als Ausgangspunkt ist der Kern ringsum mit nebeneinanderliegenden schraubenförmigen Kanälen 5 versehen, welche sich aber nicht bis zum Ende des Kernes er-

strecken. Um den Kern herum wird ein Filter 6 angeordnet, welches in den ringförmigen Einschnitten 7 und 8, etwa durch Festbinden mittels einer Schnur, befestigt wird, um zu verhindern, daß bei dem Aufstülpfen des Mantels der Filterbelag wieder abgestreift wird. Der Mantel 2 der Vorrichtung ist derart ausgebildet, daß er den unteren Teil des Kernes bis über der Rinne 4 genau umschließt. Die Innenwand des Mantels ist ebenfalls mit ähnlichen Kanälen 9 versehen wie der Kern, diese verlaufen jedoch in entgegengesetzter Richtung, d. h. wenn die Kanäle des Kernes einen rechtsgängigen Schraubengang darstellen, so bilden die Kanäle des Mantels einen linksgängigen. Die untere Begrenzung der Kanäle 9 kann durch einen ringförmigen Querkanal 10 (Fig. 275) oder auch durch einen schraubenartigen Kanal 10 (Fig. 276) gebildet werden. Der über den Kern gestülpte Mantel schließt also den Filterbelag derart ein, daß ein Ausbauchen des letzteren durch den Flüssigkeitsdruck nicht zu befürchten ist. Die in den Kanal 3 eingepreßte Zelluloselösung steigt nun in der Rinne 4 und allmählich auch in den Kanälen 5 des Kernes empor, welche letzteren bis über die Rinne 4 vollkommen durch den nicht mit Kanälen versehenen unteren Teil der Mantelinnenfläche abgedeckt sind. Die Lösung füllt darauf allmählich die Kanäle 5 des Kernes, tritt durch das Filter 6 in die Kanäle 9 des

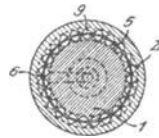


Fig. 277.



Fig. 278.

Mantels und in die Öffnung 11, aus welcher die Flüssigkeit heraustritt. In beiden Ausführungsformen des Querkanaals 10 bildet dieser Kanal eine Verbindung der Längskanäle 9, derart, daß, wie auch beim Kern 1, ein System kommunizierender Gefäße entsteht und die Flüssigkeit gezwungen wird, gleichmäßig hochzusteigen. Da die Flüssigkeit an dem Kernstück 1 nicht in einen nächstfolgenden Kanal 5 steigen kann, ohne die vorhergehenden ein wenig angefüllt zu haben, ist es klar, daß die Luft durch die Flüssigkeit stetig höher getrieben wird. Auch in den Kanälen auf Mantel 2 können keine Luftblasen zurückbleiben. Die Flüssigkeit kann also nicht eher aus der Vorrichtung heraustreten, bevor alle Luft daraus entfernt ist. Das Füllen der Vorrichtung soll stets in senkrechter Lage stattfinden. Ist sie aber einmal gefüllt, so kann sie in jeder Lage benutzt werden.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Filtrieren von spinnbaren Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen einem Kern (1) mit schraubenförmig verlaufenden, stetig ansteigenden Umfangskanälen (5) und einem daraufgestülpten Mantel (2) mit entsprechenden, jedoch in entgegengesetzter Richtung verlaufenden Innenkanälen (9) der Filterbelag (6) eingeklemmt ist, wobei die Flüssigkeit durch eine schraubenförmig um den Kern umlaufende Rinne (4) Zutritt, derart, daß die Flüssigkeit nicht in einen nächstfolgenden Kanal (5) steigen kann, ohne die vorhergehenden ein wenig angefüllt zu haben, so daß die Filterwirkung nicht eher anfängt, als bis das Unterende aller Kanäle des Kernes (5) gefüllt ist, indem der Innenkanal (10) des Mantels erst oberhalb des höchsten Punktes der Rinne (4) beginnt.

Nach Bernstein.

874. A. Bernstein. Verfahren und Vorrichtung zum Entfernen von Luft aus Lösungen, die zur Herstellung künstlicher Fäden dienen.

Franz. P. 424 796.

Die von Luft zu befreienden Lösungen werden zentrifugiert und unter Verdrängung der in den Leitungen vorhandenen Luft in senkrecht stehende Vorratsgefäße übergeführt. Durch das Schleudern werden auch feste Bestandteile aus den zu verspinnenden Lösungen ausgeschieden, die durch die Luftblasen in der Lösung schwebend erhalten wurden. Die Entfernung der Luft führt zu einer Konzentrierung der Lösung und zu festeren Fäden. Das Verfahren kann kontinuierlich oder intermittierend ausgeführt werden. (3 Zeichnungen.)

Nach Thilmann.

875. A. Thilmann, Godesberg a. Rh. Vorrichtung zur Entlüftung viskoser oder kolloidaler Lösungen und ähnlicher Massen.

D.R.P. 317 869 Kl. 29a vom 20. II. 1919 (gelöscht).

Die Vorrichtung besorgt das Entlüften ohne jede Aufsicht und kann in die geschlossene Leitung eingeschaltet werden. Eine Trommel *a*

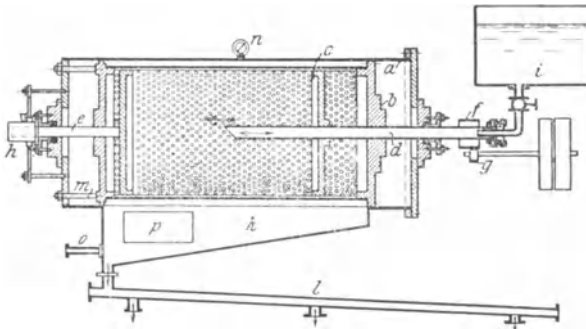


Fig. 279.

(Fig. 279), welche dem Luftdruck standhält, birgt in ihrem Innern eine zweite Trommel *b*, welche mit Hilfe der Bolzen *m* in *a* festgestellt ist. Die Trommel *b* hat einen Siebmantel mit etwa 1-mm-Löchern. Sie birgt in ihrem Innern

eine dritte Trommel *c*, welche einen gleichen Siebmantel hat. Zwischen beiden Mänteln ist etwa 1 mm Raum. Die Trommel *c* hat an einem Ende die Hohlachse *d*, welche die Kopfplatte von *b* einfach durchbohrt, in der Kopfplatte *a* jedoch mittels Stopfbüchse gegen die äußere Luft abgedichtet ist. Diese Hohlachse dient als Zuführungsrohr in die innerste Trommel. Die andere Trommelachse durchbricht ebenfalls die andere Kopfwand von *b* und ist ebenfalls mittels Stopfbüchse gegen *a* abgedichtet. Die Achse *e* ist massiv und trägt an ihrem Ende bei *h* eine Schneckenbüchse, um der sich drehenden Trommel *c* eine hin- und hergehende Bewegung zu geben, gleich einer Farbwalze der Druckerpressen. Der Mantel *a* sitzt in einem kegelförmigen Abflußbecken *k*, durch welches das entlüftete Gut der Rohrleitung *l* zugeführt

wird. Das Vakuum wird bei o angesetzt. p ist eine Kontroll- und Reinigungsklappe. Das Manometer n dient zum Ablesen des Vakuums. Der Antrieb der inneren Trommel erfolgt durch das Kamrad f, g .

Zum Betriebe setzt man die Vorrichtung unter gutes Vakuum, öffnet dann den Hahn des Vorratsbehälters i und setzt die Trommel in Bewegung. Die Masse strömt durch das Rohr d in die Siebtrommel und wird durch die Löcher des Mantels gesaugt, zwischen den beiden Mänteln zerrissen, zerrieben, gemahlen, geknetet und wiederum durch die Löcher des zweiten Mantels gesaugt. Durch diese Behandlung wird jede, auch die feinste Luftsuspension, evakuiert, und es fließt die luftfreie Masse bei k nach l ab. Die Maschine kann für jede Leistung gebaut werden.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Entlüftung viskoser oder kolloidaler und ähnlicher Massen, dadurch gekennzeichnet, daß die Masse einer im Innern einer Siebtrommel umlaufenden und gleichzeitig hindurchgehenden zweiten Siebtrommel zugeführt wird und durch beide Siebmäntel hindurchgesogen, dabei zerrieben, zermahlen und entlüftet, von einem, beide Trommeln umgebenden Gehäuse aufgefangen und nach unten abgeführt wird, wobei die ganze Vorrichtung samt den Vorratsbehältern unter Luftleere gehalten wird.

Vgl. noch die Filtrier- und Entlüftungsvorrichtung S. 52.

Nach Société anonyme des Celluloses Planchon.

876. Société anonyme des Celluloses Planchon. Filterhahn mit Zeigereinrichtung zum Regeln des Ausflusses viskoser Flüssigkeiten.

Franz. P. 474 728 vom 20. XII. 1913.

Die Flüssigkeit tritt unter konstantem Druck durch eine kalibrierte Öffnung aus, die mehr oder weniger durch eine ebenfalls kalibrierte Nadel geöffnet wird. Die Nadel wird durch eine Schraube bewegt, die mit einer Anzeigevorrichtung über einem Zifferblatt versehen ist. Es wird so die Zuführung zu einer ganzen Gruppe von Apparaten geregelt. An den Hahn schließt sich ein Filter mit großer Oberfläche, welches ohne Druckverlust klärt. (Zeichnungen.) Vgl. „Kunststoffe“ 1917, S. 219—229.

Nach Schülke.

877. Dr. E. Schülke, Hannover. Vor der Spinndüse liegendes Filter für Zellstofflösungen.

D.R.P. 329 975 Kl. 29a vom 11. IV. 1920 (gelöscht).

Das Filter ist kegelförmig ausgebildet und mit der Spitze des Kegels der Strömung der Lösung entgegengerichtet. Ein solches Filter bietet einerseits eine große Filterfläche und bleibt andererseits lange Zeit sauber, weil die zuströmende Zellstofflösung abgeschiedene Schmutzteilchen von der Kegelspitze immer wieder abwäscht und am unteren Rande des Kegels anhäuft. Die nutzbare Filterfläche wird noch dadurch vergrößert, daß die Kegelspitze abgerundet oder abgestumpft ist. Das Filter kann auch aus einem kegelförmigen Drahtgestell von ausreichender

Steifigkeit gebildet werden, auf welches ein Filterüberzug mittels eines Klemmrings aufgespannt ist, der im Bedarfsfalle leicht ausgewechselt werden kann.

Patentansprüche: 1. Vor der Spinddüse liegendes Filter für Zellstofflösungen, dadurch gekennzeichnet, daß es in Form eines Kegels mit der Strömung der Lösungen entgegengerichteter Spitze angeordnet ist.

2. Filter nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch eine abgerundete Spitze.

3. Filter nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es aus einem kegeligen Gestell aus Draht mit einem Filterüberzug besteht. (4 Zeichnungen.)

Ein kegelförmiges Filter mit der Strömung der Zelluloselösung entgegengerichteter Spitze beschreibt die franz. Patentschrift 414 520, Fig. 3, Bezugszeichen 22.

Nach Worms.

878. M. Worms. Verbesserungen an Filtern zur Herstellung von Fäden.

Franz. P. 537 159 vom 9. VI. 1921.

Das in einer röhrenförmigen Erweiterung des drehbaren Spinddüsenkopfes angeordnete Filter besteht aus einem Metallkörbchen mit gelochter Wandung, welches Filterstoff enthält, und dient außer zur Reinigung der Spinnlösung auch dazu, die Stöße der Zuführungspumpe abzuschwächen und den Ausfluß der unter Druck und der Wirkung der Schleuderkraft stehenden Spinnlösung gleichmäßiger zu machen. (Zeichnungen.)

Nach Hoelkenseide G. m. b. H.

879. Hoelkenseide G. m. b. H., Barmen-Rittershausen. Verfahren zum Entfernen der Spinnlösung von Filterkörpern u. dgl. bei der Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 410 582 Kl. 29a vom 3. VI. 1923.

Die Herstellung von Kunstseide, insbesondere nach dem Kupferoxydammoniakverfahren, erfolgt aus einer zähschleimigen Spinnlösung, welche durch Filtrieren in großen Filterpressen von den ungelösten Bestandteilen befreit wird. Damit die Filter nicht verstopfen, ist von Zeit zu Zeit eine Reinigung der vorzugsweise aus einem feinen Nickeldrahtgewebe bestehenden Siebe erforderlich. Diese Reinigung erfolgte bisher durch Waschen, Reiben, Bürsten usw. mit stark ammoniakhaltigem Wasser. Infolge der eigenartigen zähschleimigen Beschaffenheit der Spinnlösung ist diese Reinigung mühsam und zeitraubend, außerdem infolge des Ammoniakgehaltes unangenehm und kostspielig, weil außer dem zugefügten Ammoniak auch noch die in großen Mengen anhaftende, wertvolle Schleimschubstanz mit dem Spülwasser verloren geht. Ferner tritt dabei auch leicht eine Beschädigung der empfindlichen Siebe ein, die später das Spinnverfahren beeinträchtigt. Diese Mängel werden gemäß der Erfindung dadurch vermieden, und es wird eine

schnelle und wirtschaftliche Reinigung der Siebe dadurch ermöglicht, daß die zu reinigenden Siebe mit der ihnen anhaftenden Schleimsubstanz unter starker Wärmezufuhr, z. B. in einem auf über 60—70° erhitzten Trockenschrank getrocknet werden. Dabei schrumpft die Spinnlösung zu trockenen Häutchen zusammen, welche sich infolge der starken Volumenveränderung und chemischer Zersetzungsvorgänge größtenteils selbsttätig vom Siebkörper ablösen und sehr leicht entfernt werden können. Die Siebe sind dann sofort wieder verwendbar, ohne daß ein Abwaschen oder überhaupt eine Berührung mit Wasser erforderlich ist. Um das Trocknungsverfahren abzukürzen, empfiehlt es sich, die Siebe vorher durch ein Paar weiche Walzen, ähnlich wie eine Wringmaschine, hindurchzuführen, wobei bereits ein großer Teil der anhaftenden Spinnlösung ohne schädliche Beanspruchung des Filterkörpers abgequetscht wird.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Entfernen der Spinnlösung von Filterkörpern u. dgl. bei der Herstellung von Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß die zu reinigenden Filterkörper mit der ihnen anhaftenden Spinnlösung unter Wärmezufuhr getrocknet und dann die getrocknete Masse entfernt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Erwärmung so stark erfolgt, daß neben der Trocknung auch eine chemische Zersetzung der Spinnmasse vor sich geht.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zu reinigenden Filterkörper vor dem Trocknen zum Abquetschen der überschüssigen Spinnlösung durch Walzen hindurchgeführt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Erwärmung und Trocknung der Filterkörper in geschlossenen Wärmeschranken erfolgt, welche mit einer Einrichtung zur Wiedergewinnung des verdunstenden Ammoniaks versehen sind.

Nach Dreaper.

880. W. P. Dreaper, London. Vorrichtung zum Filtrieren von Lösungen bei der Herstellung von Kunstseide.

D.R.P. 414 675 Kl. 29a vom 21. XII. 1923; brit. P. 207 214 vom 22. VI. 1922; franz. P. 574074.

Bei der Herstellung von Kunstseide und ähnlichen Erzeugnissen, wie Stapelfaser, wird ein sog. Kerzenfilter verwendet, um die Lösung von Zellulose oder anderem Stoff endgültig zu filtrieren, bevor diese Lösung zu der Düse geht¹⁾. Es ist gefunden worden, daß mehr zufriedenstellende und regelmäßige Ergebnisse als bisher erzielt werden können, besonders, wenn ein beträchtlicher Druck zum Filtrieren verwendet wird, wenn man die nachstehend beschriebene Vorrichtung verwendet. Bei dieser ist der mittlere Kanal des in einem festen Gehäuse eingeschlossenen Kerzenfilters unmittelbar an die Spindüse angeschlossen und nimmt die von außen nach innen durchgedrückte filtrierte Flüssigkeit auf. Bei vergrößertem Druck wird der Filterstoff entsprechend dichter an

¹⁾ Vgl. S. 709.

die Oberfläche der Kerze h angepreßt, anstatt von ihr weggepreßt zu werden, wie bei dem gewöhnlichen Kerzenfilter. So kann es seltener vorkommen, daß die Lösung unvollkommen filtriert wird.

Fig. 280 stellt einen Schnitt durch das Filter dar. a ist das Außengehäuse aus passendem Stoff, z. B. Ebonit, von genügender Festigkeit, um dem Druck, bei welchem die Lösung dem Filter zugeführt wird, zu widerstehen. Wenn erforderlich, kann ein Hilfsventil an dem Filter angebracht werden, so daß der Druck eine vorbestimmte Größe nicht überschreitet, oder das Außengehäuse a kann in zweckentsprechender Weise verstärkt werden. Dieses Außengehäuse a besitzt eine Gelenkverbindung b , durch welche die Lösung bei c eintritt. Dieses Gehäuse a ist bei d an der Spinddüse und deren Ansatz e durch Schraubengewinde oder in sonstiger Weise befestigt, während die letztere ihrerseits mit einer Schraubekappe f versehen ist. Das Außengehäuse a kann bequem von der Spinddüse und deren Ansatz e entfernt werden, um es zu reinigen und den Filterstoff oder das Gewebe zu ersetzen, welches an der genuteten Fläche g der Kerze h befestigt oder herumgewunden wird; die Kerze h bildet ein Stück mit der Spinddüse und deren Ansatz e . Die Kerze h besitzt einen Zentralkanal i mit einer Anzahl von Queröffnungen oder Verbindungskanälen j , durch welche die filtrierte Lösung in den mittleren Kanal i eintritt. Die Schraubekappe f dient zum Halten des verbreiterten Endes eines Glasrohres, welches zum Führen der filtrierte Lösung zu der Düse dient.

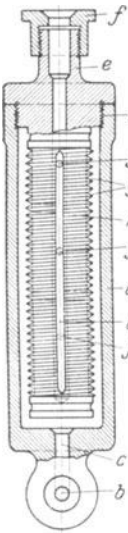


Fig. 280.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Filtrieren von Lösungen bei der Herstellung von Kunstseide, bei der ein Kerzenfilter in einem festen Gehäuse eingeschlossen ist, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere Kanal (i) des Kerzenfilters unmittelbar an die Spinddüse angeschlossen ist und die von außen nach innen durch das Kerzenfilter tretende filtrierte Flüssigkeit aufnimmt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der mittlere Kanal (i) durch Reihen von Queröffnungen oder Kanälen (j) mit dem Filterstoff verbunden ist.

Nach Fabrique de Soie Artificielle de Tubize, Société anonyme.

881. Fabrique de Soie Artificielle de Tubize, Société Anonyme, Brüssel. Verbesserungen an Apparaten zum Spinnen künstlicher Fäden.

Brit. P. 219 962; franz. P. 580 987 vom 2. VIII. 1923.

Die den in einer Rinne liegenden Spinnöffnungen zugeführte Spinnlösung wird zweimal filtriert, zunächst durch ein Filter von größerer Oberfläche, welches auf einem Rost in einiger Entfernung von den Spinnöffnungen liegt, und dann durch ein unmittelbar über den Spinnöffnungen

liegendes Filter von kleinerer Oberfläche. Es soll dadurch erreicht werden, daß unter normalen Arbeitsbedingungen das Filter nicht eher verstopft ist, als eine Erneuerung der Spinnöffnungen sich als notwendig erweist. (4 Zeichnungen.)

Zuführung der Lösung zu der Spinnndüse, Titerpumpen.

Nach Topham.

882. Ch. Fr. Topham, Kew-Gardens (Engl.). Vorrichtung zum Regeln des Zuflusses von flüssigen oder halbflüssigen Stoffen. D.R.P. 138 507 Kl. 29 b vom 21. V. 1901 (gelöscht); brit. P. 10 029¹⁹⁰¹; österr. P. 12 388.

Die Vorrichtung eignet sich namentlich zum Regeln des Zuflusses der zur Herstellung künstlicher Fäden dienenden Lösungen zu dem die Fäden bildenden Mundstück. Die Regelung erfolgt mit Hilfe eines Schwimmers, welcher von der geförderten Flüssigkeit mehr oder weniger hochgehoben wird je nach dem Druck, unter dem diese steht, und dadurch die Durchlaßventile mehr oder weniger offen hält, derart, daß in gleichen Zeiten stets gleiche Mengen an gelöster Zellulose nach dem Mundstück gelangen. Dergleichen durch Schwimmer beeinflusste Doppelventile, welche dazu dienen, in gleichen Zeiten gleiche Mengen Flüssigkeit durchgehen zu lassen, sind bekannt. Allein sie haben den Nachteil, daß sie sich während des Betriebes leicht klemmen und dann zu erheblichen Störungen Veranlassung geben. Zweck der vorliegenden Erfindung ist nun,

diesen Mißstand zu beseitigen, so daß ein stets gleichmäßiges Funktionieren der Vorrichtung gesichert ist. Dieser Zweck wird dadurch erreicht, daß der Schwimmer, welcher das Doppelventil beeinflusst, mit Schraubenflügeln besetzt ist, so daß er beim Durchfluß der Flüssigkeit in Umdrehung versetzt wird, was alsdann natürlich ein Klemmen der Vorrichtung unmöglich macht. Die Flüssigkeit, welche aus dem Mundstück *D* (Fig. 281) in Fäden austreten soll, wird mit Hilfe von Pumpen durch das Rohr *e* zugeleitet; sie durchläuft dabei ein Ventil *A*, gelangt dann in den mit einem Schwimmer *B* ver-

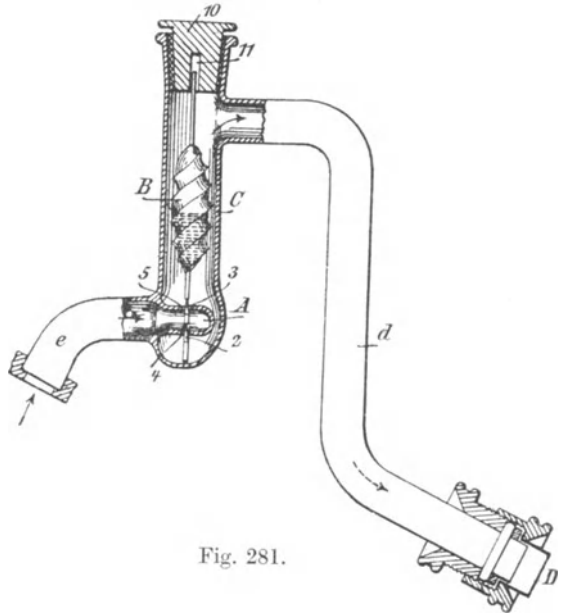


Fig. 281.

diesen Mißstand zu beseitigen, so daß ein stets gleichmäßiges Funktionieren der Vorrichtung gesichert ist. Dieser Zweck wird dadurch erreicht, daß der Schwimmer, welcher das Doppelventil beeinflusst, mit Schraubenflügeln besetzt ist, so daß er beim Durchfluß der Flüssigkeit in Umdrehung versetzt wird, was alsdann natürlich ein Klemmen der Vorrichtung unmöglich macht. Die Flüssigkeit, welche aus dem Mundstück *D* (Fig. 281) in Fäden austreten soll, wird mit Hilfe von Pumpen durch das Rohr *e* zugeleitet; sie durchläuft dabei ein Ventil *A*, gelangt dann in den mit einem Schwimmer *B* ver-

sehenen Zylinder *C*, um von dort durch das Rohr *d* nach dem Mundstück *D* zu gelangen. Die Durchgangsweite des Ventils *A* wird durch die Auf- und Abbewegung des durch die Durchgangsgeschwindigkeit der Flüssigkeit beeinflussten Schwimmers *B* geregelt. Das Ventil ist ein Doppelventil, welches aus den beiden Kegeln 2 und 3 besteht und aus dessen Öffnungen 4 und 5 die Flüssigkeit sowohl in auf- als auch in absteigender Richtung austritt, so daß das Ventil im Gleichgewicht ist. Der Schwimmer *B* ist derart angeordnet, daß der Flüssigkeitsstrom bestrebt ist, ihn mitzunehmen, die fest mit ihm verbundenen Kegel zu heben und dadurch die Öffnungen 4 und 5 zu drosseln. Auf diese Weise dient der Schwimmer *B* als Regler und bewirkt einen stets gleichmäßigen Zufluß, einerlei, unter welchem Druck die Flüssigkeit gefördert wird. Der zylindrische Raum zwischen dem Schwimmer *B* und den Zylinderwänden *C* ist im Querschnitt so bemessen, daß er der Flüssigkeit nur einen engen Durchgang bietet, was die Empfindlichkeit der Vorrichtung wesentlich erhöht. Der Schwimmer *B* kann mit Hilfe von Quecksilber od. dgl. so eingestellt werden, daß er das Ventil eine dem Gewicht der herzustellenden Fäden entsprechende Gleichgewichtsstellung einnehmen läßt. Damit sich nun Ventil und Schwimmer *B* nicht klemmen, ist dieser mit Schraubenflügeln versehen, derart, daß er beim Durchgang der Flüssigkeit in Umdrehung gesetzt wird. Ein oben in den Zylinder eingelassenes Stück 10 dient mit seiner Bohrung 11 dem Schwimmer *B* oben als Führung.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Regeln des Zuflusses von flüssigen oder halbflüssigen Stoffen, z. B. des Zuflusses von Zelluloseflüssigkeit, zu einem Faden bildenden Mundstück mit Hilfe eines durch Schwimmer beeinflussten Doppelventils, dadurch gekennzeichnet, daß der Schwimmer zur Vermeidung des Klemmens mit Schraubenflügeln versehen ist, mit deren Hilfe er durch die aufsteigende Flüssigkeit in Umdrehung versetzt wird.

Nach Küttner und Sidler.

883. Fr. Küttner und E. Sidler, Pirna a. E. Vorrichtung mit Druckluftförderung zum Verspinnen von Zelluloselösungen.

D.R.P. 405 057 Kl. 29a vom 17. III. 1921.

Durch die Erfindung sollen ganz gleichmäßig starke Fäden erzielt werden. Sie besteht im wesentlichen darin, daß man unmittelbar an den Spinnstellen an Stelle der Spinnpumpen ein für alle Spinnstellen gemeinschaftliches Luftkissen einschaltet, welches unter gleichbleibendem Druck gehalten wird. Das Luftkissen befindet sich in einem unmittelbar vor den Düsen angeordneten Behälter, in den eine Zelluloseleitung und eine Druckluftleitung mündet. Von dem Behälter zweigen die für alle Düsen gleichkurzen Düsenspeicherrohre ab. Um sicherzustellen, daß über der Spinnmasse ein Luftkissen besteht, ist es nötig, im Behälter für die Zelluloselösung eine Schauvorrichtung zu haben. Durch diese kann jederzeit die Trennungsschicht: Luft und Zelluloselösung erkannt werden.

A (Fig. 282) ist ein zylindrischer Behälter, welcher in der Spinnmaschine angeordnet ist und zur Aufnahme der Zelluloselösung dient. Die Zelluloselösung fließt von B kommend dem Behälter A zu und durch die Druckleitung C in der Richtung des Pfeiles ab. Die Bewegung der Zelluloselösung geschieht durch Druckluft, die im Windkessel D unter gleichbleibendem Druck gehalten wird, was durch das Sicherheitsventil E geschieht. Auf dem zylindrischen Behälter befinden sich ferner noch mehrere Ventile F, die eine besonders feine Einstellung haben und sofort abblasen, wenn der Druck um $\frac{1}{100}$ Atmosphäre steigt. Der Luftkessel D wird z. B. auf einen Druck von 0,7—0,8 Atmosphären gehalten, der zylindrische Behälter ist beispielsweise auf einen geringeren Luftdruck mit einem Spielraum von 0,01 Atmosphären eingestellt. Es lagert also über der zu verspinnenden Zelluloselösung ein geregeltes Luftkissen, und somit ist die Sicherheit gegeben, daß alle daran angeschlossenen Spinnstellen Zelluloselösungen erhalten, die unter gleichem Druck ausfließen, also in gleicher Zeit gleiche Mengen zugeführt werden. Ein besonderer Vorteil besteht darin, daß beim

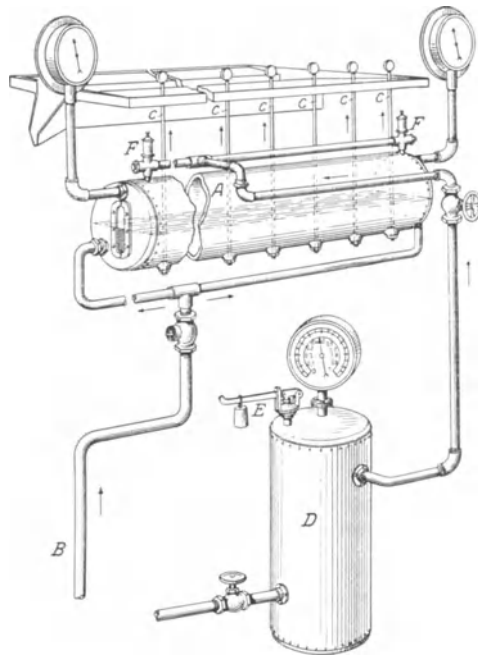


Fig. 282.

Verlegen der Düsenöffnungen der Druck der Zelluloselösung nicht höher steigen kann als der Druck im Luftkissen, während bei Anwendung von Pumpen in diesem Falle eine ganz wesentliche Drucksteigerung eintritt, was Ursache für das Entstehen von im Filter des Elementarfadens unregelmäßiger Seide ist. An Stelle von Luft im Luftkissen kann auch jedes andere Gas Verwendung finden, welches nicht mit der Spinnlösung reagiert, also bei Viskose z. B. Stickstoff oder Wasserstoff.

Durch die beschriebene Vorrichtung soll erreicht werden, daß die Zelluloselösung unter Benutzung eines für die ganze Düsenreihe gemeinsamen Luftkissens auf kürzestem Wege, mit geringstem Innenwiderstand, unter genau gleichem Drucke jeder Düse zugeführt wird.

Patentanspruch: Vorrichtung mit Druckluftförderung zum Verspinnen von Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß unmittelbar vor der Düsenreihe (C) ein Behälter (A) angeordnet ist, in dem eine Zellulosespeiseleitung (B) und eine Druckluftleitung zur Erzeugung eines

für alle Düsen gemeinsamen Luftkissens münden, von welchem Behälter (A) aus die für alle Düsen gleich kurzen Zuleitungsrohre mit geringstem Innenwiderstande zu den Düsen führen.

Nach Juer.

884. G. Juer. Selbsttätige Regelvorrichtung für Kunstseidenspinnmaschinen.

Ver. St. Amer. P. 1 407 280 vom 21. II. 1922, angem. 10. VII. 1920.

Die Erfindung bezieht sich auf Kunstseidenspinnmaschinen, bei denen die Spinnflüssigkeit (Kollodium, Viskose usw.) mittels hydraulischer Pressen zu den Düsen gedrückt wird, wobei die Preßkolben von einem Wasserakkumulator aus bewegt werden. Gemäß der Erfindung wird der Preßdruck des letzteren selbsttätig vergrößert oder verkleinert,

je nachdem der die Spinnflüssigkeit fort-drückende Preßkolben sich zu langsam oder zu schnell bewegt.

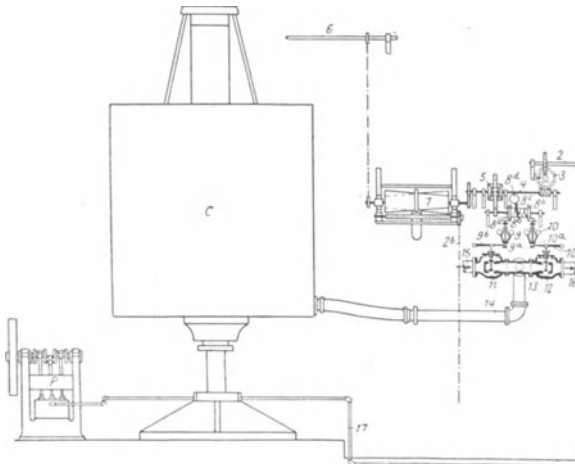


Fig. 283.

Fig. 283 zeigt den Akkumulator C mit der selbsttätigen Regelvorrichtung. Die Welle 2 wird mittels eines Kettenradgetriebes von dem die Spinnflüssigkeit zu den Düsen drückenden Preßkolben gedreht. Welle 2 dreht durch Rad 3 die Welle 4 eines Differentialgetriebes 5.

Von der Spinnmaschinenantriebswelle 6 wird über das Regelgetriebe 7 die zweite Drehung in das Differentialgetriebe 5 eingeleitet. Steht nun die Preßkolbengeschwindigkeit zu der Spinnmaschinengeschwindigkeit im richtigen Verhältnis, d. h. dreht sich Welle 2 im richtigen Verhältnis zu Welle 6, so steht das große, mittlere Rad des Differentialgetriebes still. Bewegt sich jedoch der Preßkolben zu schnell, d. h. dreht sich Welle 2 zu schnell, so dreht sich das mittlere Differentialrad z. B. links herum; wenn sich hingegen 2 zu langsam dreht, so dreht es sich dann rechts herum. Je nach der Drehrichtung dieses mittleren Differentialrades wird nun durch eine selbsttätige Kupplung 8c, 8d entweder der Zentrifugalregulator 9 oder 10 gedreht. Der Regulator 9 steuert das Ventil 11 und der Regulator 10 das Ventil 12. Bewegt sich der Preßkolben für die Spinnflüssigkeit z. B. zu schnell, so wird durch die beschriebene Vorrichtung Ventil 12 geöffnet, und es kann Wasser durch Leitungen 14, 13, 16 aus dem Akkumulator C ausfließen, und zwar so

lange, bis die richtige Kolbengeschwindigkeit wieder erreicht ist. Bewegt sich aber der Preßkolben zu langsam, so wird durch die beschriebene Vorrichtung Ventil 11 geöffnet, und es fließt Wasser durch die Leitungen 15, 13, 14 in den Akkumulator, so daß der Preßkolben sich schneller bewegt, und zwar so lange, bis er wieder die richtige Geschwindigkeit hat.

Nach Küttner.

885. Fr. Küttner. Pumpe zum Spinnen künstlicher Fäden.

Franz. P. 450 906; belg. P. 251 256; brit. P. 28 320¹⁹¹².

Beim Spinnen künstlicher Fäden benutzt man zur Zuführung der Spinnlösung zu den Spinnöffnungen und zum Austreiben der Spinnlösung aus ihnen Preßluft

oder Kolbenpumpen¹⁾. Nach der vorliegenden Erfindung benutzt man zu demselben Zweck eine Pumpe mit Zahnradern, und zwar arbeiten zwei Zahnräder zusammen, die in einem geeigneten Behälter liegen und bei ihrer Drehung die Flüssigkeit mit sich nehmen. Eine derartige Pumpe hat vor den bisher verwendeten eine ganze Reihe von Vorzügen. Die

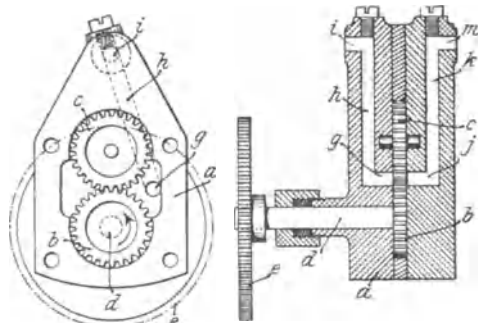


Fig. 284.

Fig. 285.

Zuführung der Masse zu den Spinndüsen und das Austreiben aus den Düsen sind vollkommen gleichmäßig, und die Gleichmäßigkeit ist von großem Einfluß auf die Güte des erzeugten Fadens. Ferner teilt eine Pumpe mit Zahnradern die zu fördernde Masse in sehr kleine Teile und arbeitet sie durch, und zwar unmittelbar vor dem Spinnen, man erhält so eine große Regelmäßigkeit im Titer, in der Drehung und der Elastizität des erzeugten Fadens, die einen großen Einfluß auf die Güte des Produktes hat. Endlich ist eine Pumpe der vorliegenden Art im Gegensatz zu Kolbenpumpen sehr einfach und billig, sie bedarf keiner Dichtungen, keiner Ventile oder ähnlicher Einrichtungen und kann leicht auseinandergenommen und gereinigt werden. Je nachdem man die Zahl der Zähne und Umdrehungen wählt, kann man in der Zeiteinheit jede gewünschte Menge Spinnflüssigkeit fördern. In der Zeichnung stellt Fig. 284 eine Pumpe mit abgenommenem Deckel und Fig. 285 einen Längsschnitt durch eine Pumpe dar. Ein Gehäuse *a* enthält in einer geeigneten Aussparung zwei gezahnte Räder *b* und *c*. Das Zahnrad *b* wird durch die Welle *d* in Umdrehung versetzt, welche von einem beliebigen Antrieb *e* bewegt wird. Das Zahnrad *c* wird mitgenommen. Die beiden Räder *b* und *c* sind in enger Berührung mit der Wandung des Gehäuses, in dem sie liegen. Die Aussparung in dem Gehäuse *a* steht auf der einen Seite der Zahn-

¹⁾ Vgl. z. B. S. 550 und 554.

räder durch eine Öffnung g in Verbindung mit der Leitung h und dem Ansatz i , der zu dem Vorratsbehälter für die Spinnlösung führt. Durch die Bohrung j , den Kanal k und den Ansatz m steht die Aussparung auf der anderen Seite mit den Spinndüsen in Verbindung. Dreht sich die Welle d , so dreht sie das Zahnrad b im Sinne des Pfeils und damit auch das Zahnrad c . Diese Bewegung saugt Spinnlösung aus dem Vorratsbehälter durch die Leitung i und führt sie durch h und g zu den Zahnrädern, die sie durch die Leitungen j , k und m zu den Spinndüsen abgeben. Die Zahl der Zähne der Zahnräder und die Zahl der Umdrehungen können beliebig sein; ist es erforderlich, die Flüssigkeit stärker durchzuarbeiten, so kann man mehrere Paare von Zahnradern anwenden. Die Pumpe eignet sich auch für andere Flüssigkeiten, wenn es sich darum handelt, regelmäßig zu fördern und dabei durchzuarbeiten.

Nach Sandoz.

886. Ch. Sandoz, Tavannes, Schweiz. Kolbenpumpe.

D.R.P. 326 748 Kl. 59a vom 3. XII. 1919.

Die Pumpe weist das Kennzeichen auf, daß der Kolben bzw. bei mehreren die Kolben an jedem Ende gegen ein festes Hubstück oder Exzenter liegen, die beide derart angeordnet sind, daß sie dem Kolben eine Hin- und Herbewegung erteilen, wenn der Pumpenkörper in Drehung

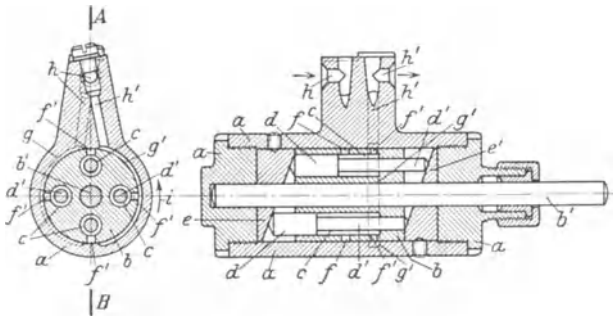


Fig. 286.

Fig. 287.

versetzt wird. Hieraus ergibt sich, daß die Pumpe mit einem, zwei, drei oder noch mehr Kolben versehen werden kann, ohne daß ihr Raumbedarf vermehrt würde. Die Leistung einer solchen Pumpe ist aber, wenn sie mehrere Kolben hat, naturgemäß verhältnismäßig groß. Im übrigen ist die Konstruktion der Pumpe gleichzeitig einfacher und widerstandsfähiger als diejenige der bekannten Pumpen gleicher Art.

Die Zeichnung veranschaulicht eine Ausführungsform einer Pumpe mit vier Kolben. Fig. 286 ist ein Querschnitt und Fig. 287 ein Längsschnitt der Pumpe nach A - B der Fig. 286. In einem zylindrischen Gehäuse a befindet sich der Pumpenkörper b , der auf die Welle b' aufgekeilt ist. Der Pumpenkörper b erhält durch Vermittlung der Welle b' z. B.

mittels Zahnräder eine ständige Drehbewegung. In diesem Pumpenkörper sind parallel zu seiner Drehachse vier Ausbohrungen c vorgesehen, die um 90° versetzt sind. In jeder Bohrung ist ein Kolben vorgesehen, der mit einem Kopf d und einer Stange d' versehen ist, welche letztere in dem Teil der Bohrung c geführt ist, die einen kleineren Durchmesser hat. Auf beiden Seiten des Pumpenkörpers b ist ein Hubstück oder Exzenter e und e' vorgesehen, die beide gleich sind, in dem Gehäuse a jedoch entgegengesetzt zueinander befestigt sind. Beide Hubstücke sind mit je einer schrägen Fläche versehen, die derart liegen, daß die schräge Fläche des einen Hubstückes parallel zu der schrägen Fläche des anderen Hubstückes liegt. Die Kolben der Pumpe stützen sich einerseits durch den Kopf d gegen die schräge Fläche des Hubstückes e und andererseits durch ihre Stange d' gegen die schräge Fläche des Hubstückes e' . Gegenüber jeder Bohrung c ist der Pumpenkörper b mit zwei seitlichen Schlitzfenstern f, f' versehen. Diese Schlitzfenster liegen in der Ebene eines Kanals g , der im Innern des Gehäuses a vorgesehen ist und sich konzentrisch zur Welle b' über einen Teil erstreckt, der kleiner als der halbe Umfang des Pumpenkörpers ist. Dies ist ebenso bei den Schlitzfenstern f' der Fall, die in der Ebene eines Kanals g' liegen, der dem Kanal g entgegengesetzt ist. Von den Kanälen g und g' ist der eine mit dem Saugrohr h und der andere mit dem Druckrohr h' verbunden.

Die Wirkungsweise der Pumpe ist folgende: Wenn der Pumpenkörper in Richtung des Pfeiles i (Fig. 286) in Drehung gesetzt wird, wird jeder Kolben durch die Hubstücke e, e' bei jeder Umdrehung des Kolbenkörpers b zu einer Hin- und Herbewegung veranlaßt. Gleichzeitig treten die Schlitzfenster f, f' abwechselnd in Verbindung, und zwar der eine mit dem Kanal g , der andere mit dem Kanal g' . Während sich der Schlitzfenster f in Verbindung mit dem Kanal g befindet, verschiebt sich der entsprechende Kolben von rechts nach links (Fig. 287) und saugt durch das Rohr h Flüssigkeit an. Sodann wird der Kolben von links nach rechts verschoben, während der Schlitzfenster f' mit dem Kanal g' in Verbindung steht. Hierdurch wird die angesaugte Flüssigkeit mittels des Kolbens durch den Schlitzfenster f' und den Kanal g' in das Rohr h' gedrückt. Auf diese Weise machen die Kolben bei jeder Umdrehung des Pumpenkörpers vier Hübe.

Patentansprüche: 1. Kolbenpumpe, insbesondere für klebrige Flüssigkeiten, mit in einem Gehäuse drehbaren Pumpenkörper und wenigstens einem Kolben, der in dem Pumpenkörper sitzt und parallel zu der Drehachse des letzteren mit Hilfe von Schräg- oder Taumelscheiben bewegt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Schräg- oder Taumelscheiben an jedem Ende fest gegen den oder die Kolben stoßen, so daß sie die zwangsläufige Führung derselben bewirken.

2. Kolbenpumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kolben aus einer Stange und einem Kopf besteht, welcher letzterer sich in einer Bohrung des Pumpenkörpers führt, die mit zwei Schlitzfenstern versehen ist, welche abwechselnd mit einem Saugkanal und einem Druckkanal in Verbindung stehen.

Nach Hillebrand.

887. P. Hillebrand, Neuenrade i. W. Druckpumpe, insbesondere für Kunstseidespinnmaschinen.

D.R.P. 353 226 Kl. 29a vom 27. VIII. 1921 (gelöscht).

Bei den bekannten Pumpen mit in die Pumpenzylinder bildenden Längsbohrungen einer umlaufenden Walze geführten, durch eine feststehende Hubscheibe bewegten Kolben¹⁾ werden die Druckkolben durch die Hubscheibe unmittelbar bewegt, indem sie mit ihren aus den Pumpenzylindern heraustretenden Enden auf der Hubscheibe gleiten. Daraus ergeben sich starke Seitendrücke auf die Kolben, was eine starke Abnutzung sowohl der letzteren als auch der Zylinderbohrungen bedingt. Die dadurch hervorgerufenen Undichtigkeiten der Pumpe üben naturgemäß einen nachteiligen Einfluß auf den Spinnvorgang aus, und zwar beeinträchtigen sie in hohem Maße die Gleichmäßigkeit der Spinnfäden. Aus diesem Grunde müssen die Pumpen sehr häufig erneuert werden.

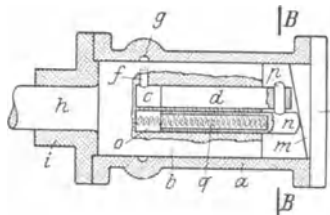


Fig. 288.

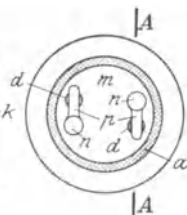


Fig. 289.

Bei der den Erfindungsgegenstand bildenden Druckpumpe mit in die Pumpenzylinder bildenden Längsbohrungen einer umlaufenden Walze geführten, durch eine feststehende Hubscheibe bewegten Kolben ist der Mangel der bekannten Pumpen dadurch beseitigt, daß die Bewegung der Druckkolben unter Vermittlung von Hilfskolben oder Führungsstangen erfolgt, welche in zu den Zylinderbohrungen parallelen Bohrungen der Walze geführt und mit den Druckkolben in deren Achsenrichtung kraftschlüssig, in der Seitenrichtung dagegen beweglich gekuppelt sind. Dadurch werden die Seitendrücke auf die Kolben vollkommen vermieden. Ein übermäßiger und einseitiger Verschleiß der Kolben und der Zylinderbohrungen tritt nicht mehr ein. Die nachteilige Beeinflussung des Spinnvorgangs durch Undichtigkeiten der Pumpe ist somit beseitigt, und die neue Pumpe besitzt eine erheblich längere Lebensdauer als die bekannten Druckpumpen für Kunstseidespinnmaschinen.

Die Zeichnung veranschaulicht ein Ausführungsbeispiel des Erfindungsgegenstandes, und zwar zeigen Fig. 288 einen axialen Längsschnitt durch das Pumpengehäuse, wobei die umlaufende Walze und die Kolben teilweise nach der Linie A-A der Fig. 289 geschnitten sind, und Fig. 289 einen Querschnitt nach der Linie B-B der Fig. 288. Die Pumpe besteht, wie bekannt, aus einer in einem zylindrischen Gehäuse *a* umlaufenden Walze *b*, in deren parallel zur Achsenrichtung angeordneten Bohrungen *c*, *c* die Pumpenkolben *d*, *d* geführt sind. Die die Pumpenzylinder bildenden Längsbohrungen *c*, *c* stehen durch Querbohrungen *f*, *f*

¹⁾ Vgl. z. B. S. 548.

mit einer inneren, unterteilten Ringnut g des Gehäuses a in Verbindung, die einerseits zur Zuführung, andererseits zur Abführung der Spinnflüssigkeit dient. Die wechselweisen Verbindungen der Pumpenzylinder c, c mit dem einen und anderen Teil der Ringnut g werden durch die Drehung der auf einer im inneren Zylinderdeckel i gelagerten, angetriebenen Welle h befestigten Walze b selbsttätig gesteuert. An der Innenseite des äußeren Zylinderdeckels k ist die feste Hubscheibe m angebracht, welche, wie bekannt, eine schiefe Ebene bildet. Gemäß der Erfindung gleiten die aus der Walze b heraustretenden Enden der Kolben d, d nicht unmittelbar auf der Hubscheibe m , sondern für jeden Pumpenkolben ist ein besonderer Hilfskolben n, n angeordnet. Die Hilfskolben n, n sind in parallel zu den die Pumpenzylinder bildenden Bohrungen c, c angeordneten Längsbohrungen o, o der Walze geführt und an ihren freien Enden durch im wesentlichen tangential zu dem die Laufbahn der Kolben bildenden Kreise angeordnete Mitnehmerstifte p, p , die in Querbohrungen an den äußeren Enden der Pumpenkolben d, d eingreifen, mit den letzteren in der Achsenrichtung kraftschlüssig, in der Seitenrichtung dagegen beweglich gekuppelt. Beim Gleiten der Hilfskolben n, n auf der Hubseite m werden mithin durch die Mitnehmerstifte p, p wohl die in der Achsenrichtung verlaufenden Drücke, nicht dagegen die gleichzeitig auftretenden Seitendrücke auf die Pumpenkolben d, d übertragen. Der übermäßige und einseitige Verschleiß der Kolben und der Pumpenzylinder ist also vermieden.

Wie ersichtlich, bewirkt die Hubscheibe m bei der gezeichneten Anordnung nur die Bewegung der Pumpenkolben d, d in der Druckrichtung. Um die Kolben in der Saugrichtung zu bewegen, sind gemäß der Erfindung in den hohlen Hilfskolben n, n schraubenförmige Druckfedern q, q angeordnet, welche sich auf den Grund der die Hilfskolbenführungen bildenden Bohrungen o, o stützen und das Bestreben haben, die Hilfskolben n, n gegen die Hubscheibe m zu pressen. Die Federn q, q bewirken somit, wenn die Hilfskolben n, n auf dem abfallenden Teil der Hubscheibe sich bewegen, den Saughub der Kolben d, d . Natürlich können die Hilfskolben n, n auch ähnlich, wie bisher die unmittelbar durch die Hubscheibe bewegten Pumpenkolben, durch einen am Stirnende der Walze b gelagerten, doppelarmigen Hebel verbunden sein, um den Saughub der Pumpenkolben zwangsläufig zu bewirken.

Patentsprüche: 1. Druckpumpe, insbesondere für Kunstseidenspinnmaschinen, mit in die Pumpenzylinder bildenden Längsbohrungen einer umlaufenden Walze geführten, durch eine feststehende Hubscheibe bewegten Kolben, dadurch gekennzeichnet, daß die Bewegung der Pumpenkolben unter Vermittlung von Hilfskolben oder Führungsstangen erfolgt, die in zu den Zylinderbohrungen parallelen Bohrungen der Walze geführt und mit den Druckkolben in deren Achsenrichtung kraftschlüssig, in der Seitenrichtung dagegen beweglich gekuppelt sind.

2. Druckpumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Hilfskolben oder Führungsstangen mit den Pumpenkolben durch im wesentlichen tangential zum Umlaufkreis angeordnete, in Querbohrungen der Pumpenkolben eingreifende Mitnehmerstifte gekuppelt sind.

3. Druckpumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Pumpenkolben nur in der Druckrichtung durch die Hubscheibe bewegt werden, wohingegen ihre Bewegung in der Saugrichtung durch schraubenförmige Druckfedern erfolgt, welche in den hohlen Hilfskolben oder Führungsstangen angeordnet sind.

Nach Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H.

888. Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H., Komm.-Ges., Berlin. Spinnregulator zur Förderung der Viskose bei der Kunstseideherstellung.

D.R.P. 359 999 Kl. 29a vom 13. VIII. 1920.

Bei Spinnregulatoren zur Förderung der Viskose bei der Kunstseideherstellung sind ganz besondere Anforderungen in bezug auf die Gleichmäßigkeit der geförderten außerordentlich kleinen Flüssigkeitsmengen zu erfüllen, wobei eine besonders zuverlässige und gute Abdichtung eine wesentliche Bedingung ist. Die bisherigen Ausführungsformen von Spinnregulatoren, welche nach dem Prinzip der Kolbenpumpe gebaut sind, haben sich in keiner Weise bewährt, da sie diesen besonderen hohen Anforderungen nicht genügen können. Man hat auch schon Spinnregulatoren mit mehreren in einem rotierenden Kopf angeordneten Kolben vorgeschlagen, die aber ebenfalls in der Praxis nicht befriedigt haben und außerdem meistens mit einem besonderen Windkessel arbeiten.

Gemäß der Erfindung wird den hohen Anforderungen in bezug auf Gleichmäßigkeit der Förderung und Sicherheit der Abdichtung dadurch genügt, daß eine Kurvenführung vorgesehen wird, durch welche die Kolben des Spinnregulators derart gesteuert werden, daß sie unabhängig voneinander, ohne miteinander gekuppelt zu sein, die Saug- und Druckbewegungen ausführen. Dadurch, daß mehrere, und zwar mindestens drei Kolben, zur Anwendung kommen, die in ihrer Bewegung nicht miteinander verbunden sind, sondern in gegenseitiger Unabhängigkeit arbeiten, wird eine besonders hohe Gleichmäßigkeit der Förderung auch bei kleinsten Flüssigkeitsmengen erzielt. Das die Kolben steuernde Kurvenstück ist so geformt, daß eine vollkommen gleichmäßige Ausstoßung der Flüssigkeit erreicht wird. Die Zuführung der Viskose ist bei dem Spinnregulator der Erfindung axial von der Grundfläche des Pumpenzylinders aus möglich, wodurch sich eine zuverlässige Dichtung erreichen läßt, da nur an der ebenen Grundfläche des Zylinders abzudichten ist.

Fig. 290 veranschaulicht eine teilweise geschnittene Ansicht des Spinnregulators und Fig. 291 eine Draufsicht, während Fig. 292 einen Schnitt nach der Geraden *A-B* der Fig. 291 zeigt und Fig. 293 die Abwicklung der steuernden Kurve wiedergibt.

Gemäß Fig. 290 und 292 wird durch die Öffnung 1 die Viskose zugeführt, und durch die Öffnung 2 strömt sie ab. In dem feststehenden Pumpenkörper 3 ist die Welle 4 drehbar gelagert, an welcher der drehbare Kopf 5 befestigt ist, in welchem sich die Kolben 6 bewegen. Die Kolbenköpfe 7 laufen an der Kurvenführung 8 entlang. Die Rückzugskurve 9 dient zum Herausdrücken der Kolben. Die Zuführung der

Viskose im Spinnregulator geschieht, wie Fig. 292 erkennen läßt, durch den axial gerichteten Kanal 10, die Abführung dagegen durch den gleichgerichteten Kanal 11. An der Grundfläche des Körpers 3 ist eine Dichtungsplatte 13 aus gehärtetem Stahl auswechselbar angeordnet, die auf eine am beweglichen Teil der Pumpe befindliche, aus demselben Material hergestellte Gegenplatte 12 aufgeschliffen ist. Zwischen diesen beiden Platten 12, 13 erfolgt die Dichtung. Die Kolben 6 sind in auswechselbaren Führungsbuchsen aus gehärtetem Stahl 14 beweglich. In dem feststehenden Pumpenkörper 3 ist das Verschlußstück 15 eingeschraubt, gegen das sich die Feder 16 stützt, die den Kopf 5 mit seiner Dichtungsplatte 12 an die Gegenplatte 13 andrückt.

Fig. 290.

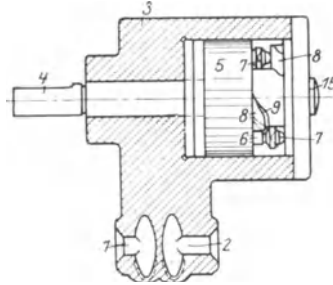
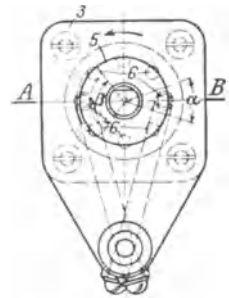


Fig. 291.



Zwischen diesen beiden Platten 12, 13 erfolgt die Dichtung. Die Kolben 6 sind in auswechselbaren Führungsbuchsen aus gehärtetem Stahl 14 beweglich. In dem feststehenden Pumpenkörper 3 ist das Verschlußstück 15 eingeschraubt, gegen das sich die Feder 16 stützt, die den Kopf 5 mit seiner Dichtungsplatte 12 an die Gegenplatte 13 andrückt. Das Kugellager 17 ermöglicht die Drehung des Kopfes 5. Die Kurvenführung besteht, wie Fig. 293 erkennen läßt, aus einer Druckkurve β , welche einen größeren Teil des Gesamtumfangs der Kurve einnimmt, und der Saugkurve α sowie zwei den Druck- und Saugteil der Kurve trennenden toten Kurventeilen.

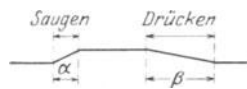


Fig. 293.

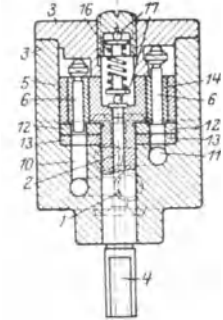


Fig. 292.

Patentansprüche: 1. Spinnregulator zur Förderung der Viskose bei der Kunstseideherstellung mit mehreren in einem drehbaren Kopf angeordneten Kolben, dadurch gekennzeichnet, daß die Kolben unabhängig voneinander, ohne miteinander gekuppelt zu sein, die Saug- und Druckbewegungen, durch eine Kurvenführung gesteuert, ausführen.

2. Spinnregulator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kurvenführung eine solche Gestalt hat, daß die Druckkurve einen größeren Teil des Gesamtumfangs der Kurvenführung einnimmt und der Druck- und der Saugteil der Kurvenführung durch zwei tote Teile voneinander getrennt sind.

Nach Pinel.

889. A. Pinel, Spinnpumpenanordnung für Kunstseiden-spinnmaschinen.

Franz. P. 548 830 vom 13. III. 1922.

Alle Pumpen der Spinnmaschine werden von einer einzigen Stelle aus angetrieben und die einzelnen Pumpen sind ausrückbar, ohne daß

durch dieses Ausrücken der Antrieb der anderen Pumpen beeinflusst wird.

Fig. 297 und 298 zeigen Ansichten der Pumpenanordnung, Fig. 294, 296 und 299 Schnitte und Fig. 295 eine Einzelheit.

Die Spinnflüssigkeit wird durch Rohr 27 und Rohr 11 zu den Pumpen 1 geleitet (Fig. 298, 299 u. 294). Durch Kanal 12 gelangt die Flüssigkeit zu den Saugventilen 8, 4 (Fig. 294) und durch Kanal 3 zu den Druckventilen 8', 4', von wo sie durch die Kanäle 13, 14 (Fig. 294)

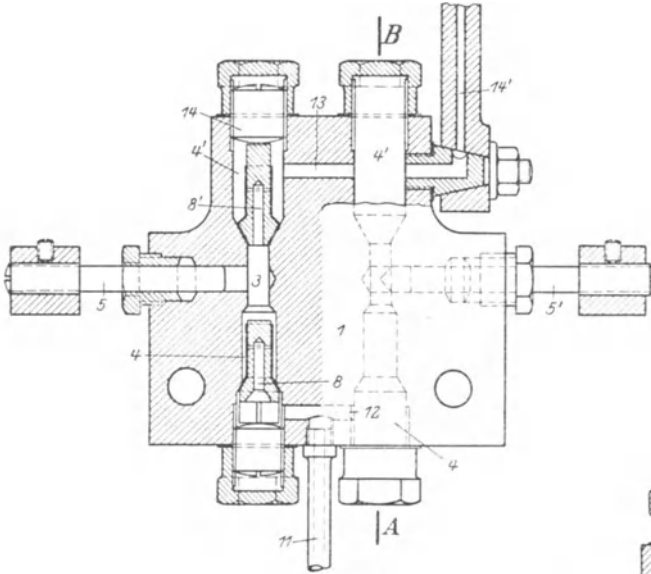


Fig. 294.

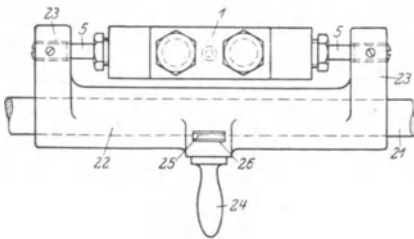


Fig. 295.

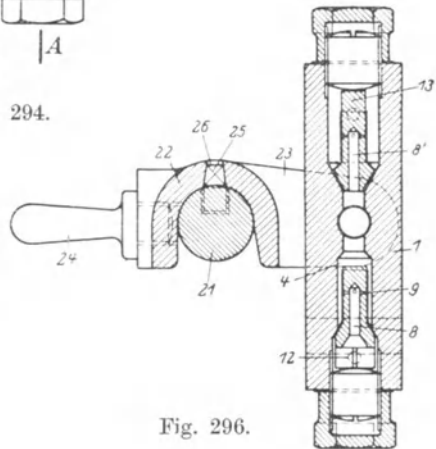


Fig. 296.

in ununterbrochenem Strome zu den Düsen gedrückt wird. Das abwechselnde Saugen und Drücken an jeder Pumpenseite geschieht durch in beiden hin und her gehende Kolben 5 und 5' jeder Pumpe. Der Antrieb der Kolben geschieht durch die Herzscheibe 18 und die hin und her gehende Schubstange 21 (Fig. 297, 298 u. 295). Bei jeder Pumpe 1 sitzt auf der Stange 21 ein zweiarmiges Antriebsstück 22, das mit seinen

Armen 23 an den Kolben 5 und 5' angreift. Bei dem Hin- und Hergang der Stange 21 werden also auch alle in ein und derselben Achse liegenden Kolben 5 und 5' der Spinnmaschine hin und her bewegt.

Die zweiarmigen Antriebsstücke 22 (Fig. 295 u. 296) sind nun nicht fest auf der Stange 21 angebracht, sondern z. B. durch eine Zapfenkupplung 25, 26 (Fig. 295 u. 296) mit ihr lösbar gekuppelt. Diese Antriebsstücke können außerdem um die Kolben 5, 5' geschwenkt werden. Wird also ein Antriebsstück 22 mittels seines Handgriffes 24 nach oben (Fig. 296) im Uhrzeigersinn ausgeschwenkt, so wird es von der Antriebsstange 21 entkuppelt, und die betreffende Pumpe steht still, während die anderen weiterlaufen. Das Einrücken der Pumpe geschieht einfach durch Herabschwenken und Kuppeln des Antriebsstückes 22 mit der Stange 21.

Fig. 297.

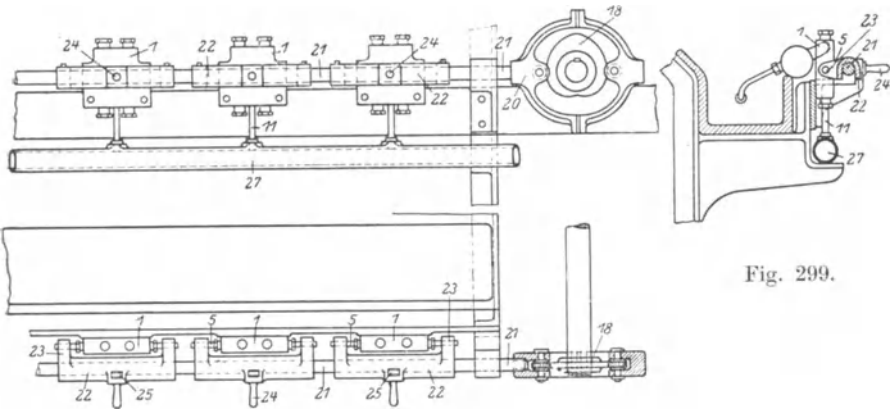


Fig. 299.

Fig. 298.

Nach Seibel.

890. F. Seibel, Charlottenburg, Pumpe zur Herstellung künstlicher Spinnfäden.

D.R.P. 375 327 Kl. 29a vom 2. VI. 1922 (gelöscht).

Nach der Erfindung soll die Förderung der Spinnlösung durch einen in einem entsprechend gestalteten Gehäuse rotierenden Konus erfolgen mittels der bekannten Tatsache der Flüssigkeitszirkulation innerhalb konischer Wände. Eine derartige Anordnung hat vor den bisher verwendeten Pumpen erhebliche Vorteile. Die Spinnlösung wird kurz vor dem Austreiben aus der Düse innerhalb der kegelförmigen Wände wie in einem Mahlwerk sehr stark zerrieben und durchgearbeitet, was einen großen Einfluß auf die Güte und Regelmäßigkeit des zu spinnenden Fadens hat. Ferner ist bei dieser Ausführung ein Undichtwerden des Fördermechanismus ausgeschlossen, da durch Federwirkung der Kegel stets gleichmäßig abdichtend im Gehäuse rotiert.

Die bisherigen Pumpen unterliegen durch den ununterbrochenen Betrieb starker Abnutzung, auch wenn sie mit noch so großer Genauig-

keit hergestellt sind. Die Folge ist, daß nach kurzer Zeit die Förderung der Spinnmasse ungleichmäßig wird und sehr oft die Pumpe ausgewechselt werden muß. Bei der vorliegenden Pumpe ist der Kegel nicht so starker Abnutzung unterworfen und wird von einer Feder fortwährend in abdichtender Lage gehalten. Die Pumpe ist aus den denkbar einfachsten und billig herzustellenden Konstruktionsteilen zusammengestellt, die ein leichtes Auseinandernehmen und Reinigen zulassen. Gleichzeitig gestattet diese Anordnung ein leichtes Einstellen auf die Fördermenge. Je nachdem man grob oder fein spinnen will, kann man dies an einer außerhalb der Pumpe leicht zugänglichen Schraube augenblicklich regeln, wobei eine weitere Regelbarkeit auch durch die Änderung der Umdrehungszahl des inneren Kegels gegeben ist. Fig. 300 stellt einen

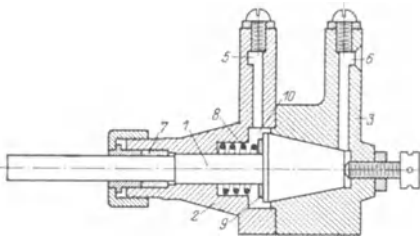


Fig. 300.

Längsschnitt durch die Kegelpumpe dar. Der an der Achse 1 befindliche Kegel paßt in eine entsprechende Ausbohrung des Gehäuses 3, wobei ihr zylindrischer Teil im Deckel 2 Führung hat und durch die Abdichtung 7 dicht gehalten wird. Die Feder 8 ist unter Spannung eingebaut und drückt mit einer Zwischenscheibe 9 gegen den breiten

Teil des inneren Kegels. Zufolge dieses Druckes legt sich der Kegel genau passend in die konische Ausbohrung, wird aber beim Umlaufen der Achse 1 eine geringe Menge der Spinnmasse fördern, die sich in Gestalt eines feinen Schleiers zwischen dem Konus und seiner Ausbohrung bildet. Um die Fördermenge auf ein gewünschtes Maß zu bringen, ist es nur nötig, die Stellschraube 4, die durch eine Gegenmutter gesichert ist, entsprechend vorzudrehen, so daß der kleine Abstand zwischen Kegel und konischer Bohrung entsprechend verändert wird. Beim Zurückdrehen der Schraube 4 wird dieser Abstand durch Wirkung der Feder 8 wieder verringert und kann bis auf Null gestellt werden.

Der Durchgang der Spinnmasse durch die Pumpe ist folgender: Bei der Bohrung 6 tritt die Spinnmasse ein und kommt am Ende der Bohrung auf den rotierenden Kegel. Dieser nimmt die Spinnmasse infolge der Fördereigenschaft konischer Laufflächen auf den immer größer werdenden Durchmesser des Kegels mit und füllt zunächst den Raum 10 mit durchgearbeiteter Spinnmasse. Allmählich steigt dann letztere in der Bohrung 5 hoch und drückt sich aus dieser heraus in die Spinndüse. Auf dem Wege durch die Kegelpumpe wird die Spinnmasse noch sehr stark zerrieben und durchgearbeitet und erhält dadurch die Beschaffenheit, sich durch allerfeinste Düsenbohrungen glatt durchdrücken zu lassen.

Patentansprüche: 1. Pumpe zur Herstellung künstlicher Spinnfäden, dadurch gekennzeichnet, daß die Förderung und die gleichzeitige Durcharbeitung der Spinnmasse durch einen rotierenden Kegel innerhalb eines entsprechenden Hohlkegels herbeigeführt wird.

2. Pumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kegel durch Federdruck ständig in seiner konischen Führung gehalten wird.
3. Pumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge der zu fördernden Spinnmasse während des Betriebes durch Änderung des Abstandes zwischen Kegel und Hohlkegelwandung geregelt wird.

Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek.

891. Naamlooze Vennootschap Nederlandsche Kunstzijdefabriek. Verbesserungen an Kolbenpumpen zum Spinnen künstlicher Seide.

Franz. P. 554 077 vom 18. VII. 1922.

Bei den z. B. für die Viskoseseideherstellung bekannten Spinnpumpen dreht sich in einem Gehäuse *B* ein Zylinder *A*, der in Bohrungen 3 oder mehr Kolben *C* führt, welche durch eine am Ende des Gehäuses liegende schräge Platte ihre hin und her gehende Bewegung erhalten. Werden die Kolben nach innen gedrückt, so strömt die Viskose aus, die unter Druck zuströmende Viskose läßt die Kolben dann wieder nach der Führungsplatte zu zurückgehen. Zum Zurückführen der Kolben hat man Federn oder elastische Verbindungen mit der schrägen Platte benutzt; diese Einrichtungen sind aber kompliziert und erfüllen nicht immer ihren Zweck, z. B. verhindern sie nicht das Festsetzen der Kolben. Diese Nachteile werden nach der Erfindung durch Anwendung einer zweiten schrägen Platte vermieden, die mit der ersten durch den rotierenden Zylinder durchsetzende Kolben verbunden ist. Diese Kolben stehen mit den Förderkolben für die Viskose in Verbindung. Die Bewegung der Kolben in den Bohrungen *F* wird dadurch ganz regelmäßig. In Fig. 301 sind *E*¹ und *E*² die beiden schrägen Platten, die durch die Kolben *D* verbunden sind. Die Verbindung dieser Kolben mit den Kolben, die die Viskose fördern, ist aus der Zeichnung ohne weiteres ersichtlich.

Fig. 301.

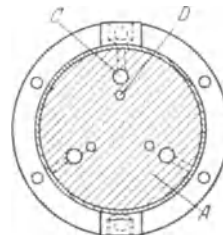
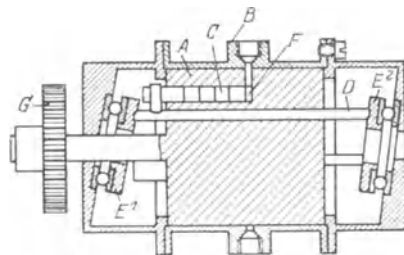


Fig. 302.

Nach Hoelken.

892. M. Hoelken, Barmen. Künstliche Seide.

Brit. P. 207 090 vom 13. II. 1923; schweiz. P. 102 713.

Um ein gleichmäßiges Arbeiten der einzelnen Spinnvorrichtungen einer Anlage zu erzielen, wird die Fällflüssigkeit jedem einzelnen Spinn-

zylinder durch eine besondere Räderpumpe zugeführt. Die Pumpen einer Anlage werden von einer gemeinsamen Welle aus angetrieben, sie führen die Flüssigkeit am Boden des Fällzylinders zu. Die Flüssigkeit steigt in dem Zylinder in die Höhe und läuft durch den in dem Zylinder angebrachten Trichter ab. (2 Zeichnungen.)

Nach Wiskemann.

893. F. Wiskemann, Brüssel. Pumpe mit umlaufendem Zylinder, Einrichtung zur Veränderung des Kolbenhubs.

Brit. P. 235 452 vom 4. XI. 1924.

Bei der ventillosen Kolbenpumpe (Fig. 303) zur Förderung viskoser Flüssigkeiten sind die Kolben in einem umlaufenden Stück 2 angeordnet

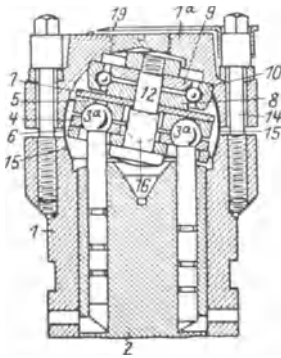


Fig. 303.

und werden von einer rotierenden Platte bewegt. Die kugelförmigen Köpfe 3a der Kolben liegen zwischen Führungsrings 4, 5, die von den Scheiben 6, 7 gehalten werden. Die Ringe, Scheiben und Kugellager 8, 9 werden von einem einzigen Bolzen 12 zusammengehalten, der durch eine mit Schraubpfropfen verschlossene Öffnung in dem Deckel 1a zugänglich gemacht ist. An dem Deckel 1a sitzt der äußere Ring 10, der sich auf dem Zapfen 16 dreht. Das Innere des Deckels ist halbkugelig, zur Zentrierung dient das sphärische Stück 15 in dem Gehäuse 1. Die Neigung der Führungsplatte wird durch die beiden Bolzen 14

eingestellt, welche den Deckel an dem Gehäuse festhalten, ein Zeiger 19 spielt über einer Skala an dem Deckel. Die Drehungszentren des Deckels und der Kolbenköpfe fallen zusammen.

Nach Courtaulds Ltd. und Topham.

894. Courtaulds Limited, London, und Ch. Fr. Topham, Coventry. Umlaufpumpe für viskose Flüssigkeiten.

D.R.P. 394 898 Kl. 59a vom 10. III. 1923, (Prior. Engl. 5. IV. 1922).

Die Erfindung betrifft eine zur Förderung viskoser Flüssigkeiten bestimmte Umlaufpumpe derjenigen Art, bei welcher ein in einem Gehäuse gelagerter Umlaufkörper mit zur Bildung von Pumpzylindern dienenden Längsbohrungen versehen ist, in denen Kolben unter der Wirkung einer zur Achse schrägliegenden drehbaren Steuerscheibe zur Förderung der zu fördernden Flüssigkeit, z. B. Viskose, hin und her bewegt werden. Gegenüber bekannten derartigen Pumpen, bei denen die Kolbenstange in dem Kolben mittels Kugelgelenk verbunden ist, weist die Erfindung den Unterschied auf, daß die Kolbenstangen elastisch biegsam ausgebildet sind und mit Spiel durch den hohlen Kolben hindurchgehen, mit dem sie an ihrem Ende starr verbunden sind. Hierdurch wird erreicht, daß der Ausschlag der Kolbenstangen an der Steuer-

scheibe durch ihre Elastizität bewirkt wird. Das bringt den Vorteil mit sich, daß die Kolben dünn ausgebildet werden können und dadurch eine äußerst gedrängte Bauart der Pumpe erzielt wird.

Die Zeichnung veranschaulicht in Fig. 304 in senkrechtem Längsschnitt und in Fig. 305 im Querschnitt nach Linie A-B von Fig. 304 ein Ausführungsbeispiel des Erfindungsgegenstandes. Das Pumpengehäuse 1 ist auf der Innenseite mit zwei einander diametral gegenüberliegenden Bogenrinnen 21, 22 versehen, die mit dem Einlaß 2 und dem Auslaß 3 der Pumpe in offener Verbindung stehen, und enthält den zylindrischen Umlaufkörper 4, der im vorliegenden Beispiel mit drei Längsbohrungen 5, 6, 7 versehen ist, welche als Pumpzylinder dienen.

Zu den Zylindern 5, 6, 7 führen Seitenkanäle 8, 9, 10, die beim Umlauf des Körpers 4 durch die Rinnen 21, 22 abwechselnd mit dem Einlaß 2 und dem Auslaß 3 in Verbindung kommen. In jeder Zylinderöffnung steckt ein hohler Plungerkolben 11. Diese Kolben werden derart hin und her bewegt, daß sie ihren Saughub ausführen, wenn die betreffende Zylinderöffnung am Einlaß 2 liegt, dagegen ihren Druckhub zurücklegen, wenn die betreffende Zylinderöffnung mit dem Auslaß 3 in Verbindung steht. In dem Raum zwischen der inneren Stirnseite des Umlaufkörpers 4 und dem Boden des Gehäuses 1 befindet sich eine zur Achse des Gehäuses 1 und des Umlaufkörpers 4 schrägliegende drehbare Steuerscheibe 13, die auf einer feststehenden schrägen Bahn 12 drehbar geführt ist. Die Kolben 11 sind mittels der Stangen 14 mit der Steuerscheibe 13 zwangsläufig verbunden. Bei Drehung des Umlaufkörpers 4 nimmt dieser mittels der Kolbenstangen 14 die Steuerscheibe 13 mit, und da diese eine schräge Stellung hat, werden gleichzeitig die Kolben in den Zylinderöffnungen infolge ihrer Verbindung mit der Steuerscheibe hin und her geschoben.

Die Kolbenstangen 14 sind durch die Bohrungen der Kolben 11 bis nach oben durchgeführt und mit letzteren durch Vernietung fest verbunden. Am unteren Ende sind sie mittels eines Kugelgelenkkopfes in einer Ausnehmung der Steuerscheibe 13 eingelagert und darin mittels einer Deckplatte 16 festgehalten. Dabei sind die Kolbenstangen 14 in der Querrichtung etwas biegsam oder nachgiebig und die Kolbenbohrungen etwas ausgeweitet, um beim Betrieb der Pumpe ein Zwängen in der Kolbenverbindung zu vermeiden. Aus diesem Grunde empfiehlt es sich auch, möglichst lange Plungerkolben zu verwenden, damit bei der beschriebenen Befestigungsweise ihrer Stangen ein zu starkes Ausbiegen vermieden werde. Die Steuerscheibe 13 wird in ihrem Sitze auf der Führungsbahn 12 durch einen Druckfederbolzen 17 gesichert, der in einer axialen Bohrung des Umlaufkörpers 4 steckt und mittels einer Lagerkugel 19, die in der Steuerscheibe eingelassen ist,

Fig. 304.

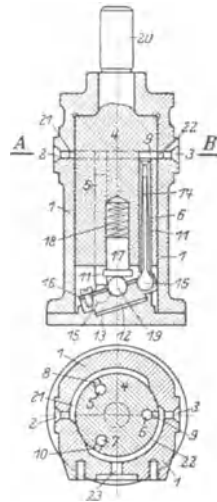


Fig. 305.

und auf welcher der Druckfederbolzen 17 lastet, die Steuerscheibe auf ihrem Sitz niederhält. Die Steuerscheibe 13 ist mittels eines Stirnansatzes zapfenartig in eine entsprechende Ausnehmung der Führungsbahn eingepaßt. Die Drehung der Steuerscheibe 13 wird hier von dem Umlaufkörper 4 aus mittels der Kolbenstangen 14 herbeigeführt. Der Antrieb der Steuerscheibe könnte aber auch in anderer Weise gestaltet sein. Der Umlaufkörper 4 besitzt einen aus dem Gehäuse nach außen tretenden Zapfen 20, an dem der Antrieb für die Pumpe anzugreifen bestimmt ist. Von der Rinne 22 des Gehäuses 1 zweigt gemäß Fig. 305 eine seitliche Bohrung 23 ab, die an einem Windkessel anzuschließen ist.

Patentanspruch: Umlaufpumpe für viskose Flüssigkeiten, bei welcher ein in einem Gehäuse gelagerter Umlaufkörper mit zur Bildung von Pumpzylindern dienenden Längsbohrungen versehen ist, in denen Kolben unter der Wirkung einer zur Achse schräg liegenden drehbaren Steuerscheibe hin und her bewegt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die langgezogenen, dünnen Kolben (11) röhrenförmig ausgehöhlt und die an der Steuerscheibe (13) angelenkten, elastisch biegsamen Kolbenstangen (14) mit Spiel ganz in die Höhlung der Kolben verlegt und dabei mit deren Kopfende starr verbunden sind, zum Zweck, den Ausschlag der Kolbenstangen an der Steuerscheibe durch ihre Elastizität zu bewirken.

Spinndüsen, ihre Herstellung und Reinigung.

Von größerer Bedeutung als das anfänglich ausgeübte Verfahren, die Spinndüsen aus Glas vor der Gebläselampe herzustellen, ist das folgende gewesen.

Nach Nobels Sterbhus.

895. Dr. Alfred Nobels Sterbhus, Bofors, Schweden. Verfahren zur Herstellung von Preßmundstücken mit feinen Löchern.

D.R.P. 96 060 Kl. 80 vom 2. III. 1897 (gelöscht).

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Preßmundstücken, Platten und anderen Gegenständen mit feinen geraden Löchern von vorher bestimmbarem oder überall genau gleichem Querschnitt, darin bestehend, daß man in den Gegenstand und an die Stelle des gewünschten oder der gewünschten Löcher je nach der Beschaffenheit des Materials einen oder mehrere gerade Metallfäden oder Drähte von genau demselben Querschnitt wie den der beabsichtigten Löcher einlegt oder einschmilzt und diese Fäden dann mittels Säuren oder anderer Chemikalien zerstört oder auf andere Weise entfernt, so daß Löcher entstehen.

Nach Bernstein.

896. A. Bernstein, Berlin. Düse zur Herstellung von künstlicher Seide und ähnlichen Erzeugnissen.

D.R.P. 216 391 Kl. 29a vom 6. II. 1909, übertragen auf Sächsische Kunstseidenwerke Akt.-Ges., Elsterberg i. V. (gelöscht).

Die Düsen, welche bisher für die Herstellung von künstlicher Seide und ähnlichen Erzeugnissen benutzt worden sind, haben Kapillarlöcher

von unveränderlichem Querschnitt, durch welche die gelatinösen Lösungen hindurchgepreßt werden. Hierin liegt ein erheblicher Nachteil; denn der Druck, unter welchem sich die Lösungen befinden, ist für alle Düsen derselbe; die Dehnung des Fadens ist durch die maschinelle Einrichtung gegeben; um also auf einer bestimmten Düse einen Faden von bestimmter Stärke erzeugen zu können, müßte der Querschnitt der Löcher in der Düse verstellbar sein. Die Wandungen der Kapillarlöcher sollen glatt sein; und schließlich ist es wünschenswert, daß sich Verstopfungen einzelner Löcher schnell beseitigen lassen.

Allen diesen Anforderungen entspricht die nachstehend beschriebene Düse, von welcher Fig. 306 ein Längsschnitt und Fig. 307 eine untere Ansicht ist. *A* ist ein Rohr, das durch einen Hahn mit dem Hauptrohr verbunden ist, in welchem sich die gelatinöse Lösung befindet. Das Rohr *A*

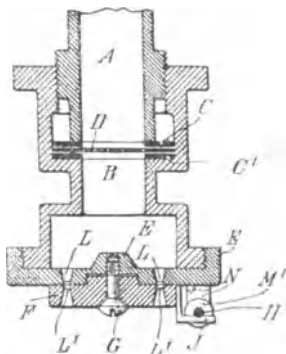


Fig. 306.

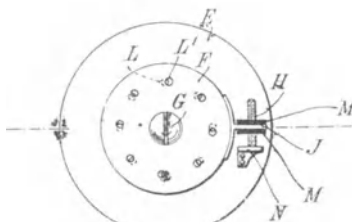


Fig. 307.

trägt ein Gewinde, an welchem die Düse *B* angeschraubt wird. Hierbei werden zwei Lederscheiben *C* und *C*¹ zusammengepreßt, zwischen denen sich eine Siebplatte *D* befindet. Der untere, erweiterte Teil der Düse trägt zwei Platten *E* und *F*, die mit Durchbohrungen *L* und *L*¹ versehen sind. Diese Platten können aus Metall, Hartgummi oder irgendeinem geeigneten Stoff hergestellt sein, welcher der chemischen Einwirkung der Lösungen widersteht. Von diesen Platten ist die obere *E* an der Düse befestigt, die untere *F* dagegen drehbar angebracht, und zwar so, daß sie durch eine Schraube *G* an die obere Platte festgezogen werden kann. Die Durchbohrungen *L* und *L*¹ stimmen in ihrer Lage in den beiden Platten vollkommen überein; sie sind zylindrisch da, wo die Platten sich berühren, und erweitern sich konisch nach außen. In der Lage, welche in Fig. 306 angegeben ist, sind daher Öffnungen der Düse vorhanden, welche dem Durchmesser der zylindrischen Durchbohrung entsprechen. In Fig. 307 ist eine Drehung der Platte *F* angenommen, durch welche die Durchlaßöffnung sich verkleinert, und es sind der Deutlichkeit halber nur die zylindrischen Durchbohrungen gezeichnet. Es ist klar, daß man durch diese Drehung die Durchlaßöffnungen, welche aus zwei Kreisabschnitten bestehen, nach Belieben verkleinern kann, und zwar bis auf Null. Um die genaue Einstellung der Durchlaßöffnungen zu bewirken, trägt die Platte *F* einen Bügel *J*, während auf der Platte *E* eine Schraube *H* befestigt ist, an der zwei Muttern *M M*¹

den Bügel *J* bewegen können. Die Schraube *H* ist unter Vermittlung eines Konsols *N* mit der Platte *E* verbunden.

Der Faden hat in dem Augenblick, in welchem er die Düse verläßt, einen länglichen zweispitzigen Querschnitt, der sich jedoch selbsttätig und namentlich auch infolge der sofort eintretenden Streckung mehr oder weniger stark abrundet. Im übrigen ist es nicht nötig, daß der Faden einen vollständig runden Querschnitt hat, im Gegenteil wird das Aussehen der Kunstseide nicht schädlich durch Abweichen vom runden Querschnitt beeinflußt, wohl aber wird die Wiedergewinnung des Lösungsmittels der Nitrozellulose bei flachem Fadenquerschnitt erleichtert, weil die Oberfläche des Fadens in diesem Falle im Verhältnis zum Querschnitt größer ist als bei kreisrundem Faden. Da die Durchbohrungen der Platten *E* und *F* ziemlich groß sind, hier etwa 2 mm angenommen, so können die Löcher ohne Schwierigkeit ausgeschliffen werden, so daß glatte Wandungen entstehen, während beim Auflösen von eingeschmolzenen Drähten in Glas dies nicht mit Sicherheit zu erreichen ist. Die beschriebene Anordnung hat noch folgenden Vorteil. Wenn sich eines der Löcher verstopft, so wird die Zweigleitung *A* durch den Hahn vom Hauptrohr abgeschlossen und die Platte *F* so gedreht, daß die volle Durchlaßöffnung von 2 mm vorhanden ist. Die Verstopfung ist dann sofort beseitigt, während gegenwärtig die Düsen auseinandergenommen und die Verstopfung durch Auskochen entfernt werden muß. In solchen Fällen, in denen die Löcher nicht im Kreise, sondern in gerader Linie angeordnet werden sollen, tritt an Stelle der drehbaren Platte ein Schieber, dessen Einstellung in gleicher Weise erfolgt.

Patentanspruch: Düse zur Herstellung von künstlicher Seide und ähnlichen Erzeugnissen, gekennzeichnet durch zwei übereinanderliegende und zueinander derartig bewegliche Platten, daß die eine Platte den Querschnitt der Durchlaßöffnungen der anderen zu regeln gestattet.

Nach Reents und Eilfeld.

897. W. Reents u. F. Eilfeld, Plauen i. V. Düse zur Herstellung künstlicher Seidenfäden mit am unteren Ende nach innen kegelförmig erweiterten Öffnungen zum Austritt der Seidenfäden.

D.R.P. 221 572 Kl. 29a vom 30. VI. 1909 (gelöscht).

Die Erfindung ist eine Düse zur Herstellung künstlicher Seidenfäden und betrifft eine Einrichtung zum Regeln der Fadenstärke. In der unteren Verschußplatte der Düse, welcher die zur Herstellung der Seide dienende Masse unter Druck zugeführt wird, ist eine Anzahl vorzugsweise konzentrischer, äußerst feiner Öffnungen angebracht, welche sich in bekannter Weise nach innen kegelförmig erweitern, und mit denen dünne, ebenfalls kegelförmig zulaufende und gemeinsam verschiebbare Nadeln im Eingriff stehen, die sich in der Stellung, in welcher sie die Öffnungen völlig frei lassen, nicht genau über diesen befinden, sondern sich an deren kegelförmige Wandungen anlehnen. Wird nun eine durch

Feder- oder ähnliche Wirkung ständig nach oben gehaltene, sämtliche Nadeln tragende Platte durch einen von der Außenseite der Düse aus mittels eines über einer Skala spielenden Zeigers verstellbaren Exzenter nach unten, d. h. nach der Verschußplatte der Düse hin, gedrückt, so gleiten die Nadelspitzen an den kegelförmigen Wandungen der feinen Öffnungen nach unten und verschließen letztere mehr oder weniger in

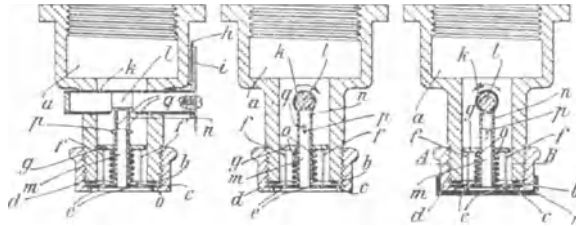


Fig. 308.

Fig. 309.

Fig. 310.

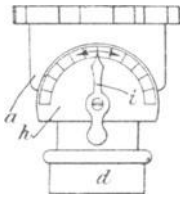


Fig. 311.

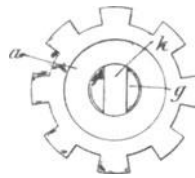


Fig. 312.

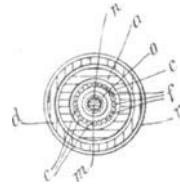


Fig. 313.

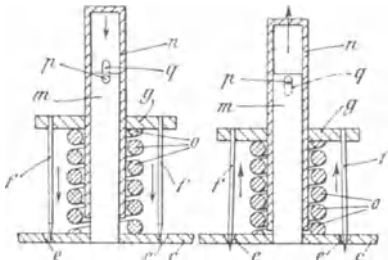


Fig. 314.

Fig. 315.

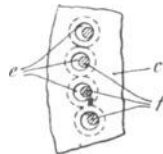


Fig. 316.

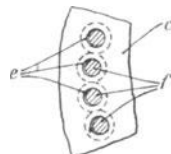


Fig. 317.

der Weise, daß sich annähernd halbmondförmige Durchtrittsöffnungen für die Seidenfäden ergeben, so daß sich diese in verschiedenen Stärken erzeugen lassen.

Die Zeichnung veranschaulicht in vergrößertem Maßstabe die Düse zur Herstellung künstlicher Seidenfäden in einer beispielsweise Ausführungsform. Die Fig. 308 und 309 sind Längsschnitte in zueinander senkrechten Ebenen bei freien Durchtrittsöffnungen für die Seidenfäden, und Fig. 310 ist ein der Fig. 309 entsprechender Schnitt bei geschlossenen Öffnungen. Die Fig. 311 und 312 zeigen die Vorrichtung in Ansicht und Draufsicht, während in Fig. 313 ein Schnitt nach der Linie A-B der Fig. 310 dargestellt ist. Die Fig. 314 und 315 sind Längsschnitte eines Teiles der Vorrichtung in größerem Maßstabe bei verschiedenen Nadel-

stellungen, und in den Fig. 316 und 317 ist der Eingriff der Nadel in die kegelförmigen Öffnungen der Verschlußplatte, abermals vergrößert, veranschaulicht.

Auf das untere Ende der in bekannter Weise zum Anschluß an eine Druckleitung oder ein unter Druck stehendes, die zur Herstellung der künstlichen Seidenfäden dienende Masse enthaltendes Gefäß eingerichteten Düse *a* ist unter Zwischenschaltung einer Dichtung *b* die Verschlußplatte *c* aufgesetzt, die in ihrer Lage durch die Überwurfmutter *d* festgehalten wird. In dieser Platte befinden sich, vorzugsweise in konzentrischer Anordnung, eine Anzahl nach außen enger und sich nach innen kegelförmig erweiternder Öffnungen *e*, durch welche die Seidenmasse hindurchgepreßt und zu Fäden geformt wird, die in einem Wasserbade sofort erhärten und zu einem stärkeren Faden vereinigt werden. Wie besonders die Fig. 314, 315, 316 und 317 zeigen, stehen mit diesen Öffnungen feine, nach unten zugespitzte Nadeln *f*, die an einer gemeinsamen Platte *g* befestigt sind, derart im Eingriff, daß sich ihre Spitzen in der Höchststellung gegen die kegelförmigen Wandungen der Öffnungen *e* legen, letztere also völlig frei lassen, während sie diese mehr oder weniger verschließen und dem freien Öffnungsquerschnitt eine nahezu halbmondförmige Gestalt geben, wenn sie der Platte *c* genähert werden, bis in der tiefsten Stellung (Fig. 310 u. 315) die Öffnungen ganz verschlossen sind. Es läßt sich also die Fadenstärke durch entsprechende Einstellung der Nadeln beliebig regeln. Diese Einstellung erfolgt von der Außenseite der Düse mittels eines über einer Skala *h* spielenden Zeigers *i*, der mit einer in der nur unten teilweise offenen Büchse *k* gelagerten Exzenterwelle *l* starr verbunden ist, so daß der Exzenter ganz nach Belieben von seiner höchsten Stellung (Fig. 308 und 309) aus mehr oder weniger der tiefsten Stellung (Fig. 310) genähert werden kann. Gegen den Exzenter legt sich eine die Platte *g* tragende und auf einem festen Bolzen *m* verschiebbare Büchse *n*, die durch die Feder *o* ständig nach oben gedrückt wird. Daraus geht hervor, daß je nach der Exzenterstellung die Nadeln *f* verschieden weit in die Öffnungen *e* eintreten und daher deren freien, die Fadenstärke bestimmenden Querschnitt entsprechend beschränken. Einesteils zur Geradführung der Nadeln und andernteils, um ein Abspringen der Büchse *n* von dem Bolzen *m* zu verhüten, ist in letzterem ein Stift *p* angebracht, der sich in länglichen Schlitzen *q* der Büchse *n* führt. Da nun sowohl letztere als auch die in die Öffnungen eingreifenden Nadeln sehr fein ausgeführt sind und mithin eine Reinigung kaum möglich ist, so muß dafür Sorge getragen werden, daß bei der Unterbrechung der Arbeit die Seidenmasse nicht in den Öffnungen erstarrt und diese verstopft, und zu diesem Zweck ist ein besonderer Deckel *r* vorgesehen (Fig. 310), der sich luftdicht an die Überwurfmutter *d* anschließt und demnach, sobald die Düse außer Betrieb gesetzt wird, den Zutritt der Luft zu den Öffnungen *e* verhindert.

Patentansprüche: 1. Düse zur Herstellung künstlicher Seidenfäden mit am unteren Ende nach innen kegelförmig erweiterten Öffnungen zum Austritt der Seidenfäden, dadurch gekennzeichnet, daß

mit den Öffnungen (*e*) zum Zwecke der Veränderung ihres Querschnitts kegelförmig verlaufende, in verschiedenen Höhen einstellbare Nadeln (*f*) im Eingriff stehen.

2. Düse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Einstellung der Nadeln mittels einer Exzenterwelle (*l*) erfolgt, die von außen durch einen über einer Skala (*h*) spielenden Zeiger (*i*) drehbar ist und sich gegen eine durch Federwirkung nach oben gedrückte, mit einer die Nadeln tragenden Platte (*g*) festverbundene Büchse (*n*) legt, welche auf einem festen, eine Geradföhrung für die Büchse aufweisenden Bolzen (*m*) verschiebbar ist.

Nach Woegerer.

898. C. Woegerer. Verfahren zur Herstellung von Spinndüsen zur Herstellung künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 988 424.

Auf dem Umfange eines Glasstabes, der durch Hitze erweicht ist, werden in der Richtung der Achse des Glasstabes feine Metalldrähte eingeschmolzen. Der Stab mit den Drähten wird dann quer zur Achse in feine Scheiben zerschnitten, die in geeigneten Fassungen eingeschmolzen werden. Dann wird durch Säuren das Metall herausgelöst. (6 Zeichnungen.)

Nach Gebr. Franke und O. Müller.

899. Gebr. Franke, Chemnitz, und O. Müller, Köln a. Rh. Mit Erweiterung versehene Düse für Kunstseidespinnvorrichtungen.

D.R.P. 250 595 Kl. 29a vom 3. IX. 1910 (gelöscht); brit. P. 4080¹⁹¹¹.

Die bekannten Spinnvorrichtungen, bei denen mehrere Spinndüsen fingerförmig an einem gemeinsamen Zuföhrungsrohr für die Spinnlösung sitzen, haben den Nachteil, daß der Druck nicht überall derselbe bleibt und infolge davon ungleichmäßige Fäden erhalten werden. Nach der Erfindung wird dies dadurch vermieden, daß das Zuföhrungsrohr für die Spinnflüssigkeit vor den Spinndüsen eine ballonförmige Erweiterung trägt, an die sich die trichterförmig gestalteten Kapillarröhrchen anschließen. In dieser Erweiterung soll stets ein gleichmäßiger Druck herrschen. (3 Zeichnungen.)

Patentanspruch: Mit Erweiterungen versehene Düse für Kunstfädenspinnmaschinen, dadurch gekennzeichnet, daß die Erweiterung ballonartig ausgebildet ist und sich allmählich verengernde trichterförmige Einzelrohre nach den Kapillarröhrchen föhren.

Nach Guadagni.

900. G. Guadagni, Pavia. Verbesserung an Spinnöffnungen für Maschinen zur Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 30 306¹⁹¹⁰.

Die Erfindung bezieht sich auf Spinnköpfe, bei denen eine Mehrzahl von Spinnöffnungen in einer gemeinsamen Scheibe angeordnet ist. Bei den bekannten Einrichtungen dieser Art kann bisher nur ein Faden mit stets derselben Anzahl von Einzelfäden hergestellt werden. Außerdem brechen da leicht die Kapillaren oder verstopfen sich, und dann muß der

ganze Spinnkopf ausgewechselt werden. Bei der vorliegenden Einrichtung befinden sich die Spinnöffnungen in einem auswechselbaren Stück, jede Spinnröhre ist von der anderen unabhängig und leicht auszuwechseln; auch können undurchbohrte Stücke eingesetzt und so die Zahl der Einzelfäden verringert werden. Träger der Spinnöffnungen ist eine eiserne oder aus anderem geeigneten Stoff bestehende Scheibe, die mit der nötigen Anzahl von Löchern versehen ist. Die Löcher haben einen Durchmesser von etwa 4 mm. Auf diese Scheibe wird Gummi aufvulkanisiert in der Weise, daß an den Stellen, wo die Löcher der Scheibe sind, der Gummibelag am oberen Teile trichterförmig gestaltet ist. In diese Löcher werden nun die gläsernen Spinnröhrchen gesteckt, die nach oben gleichfalls trichterförmig erweitert sind. Sie sitzen in der trichterförmigen Erweiterung des Gummibelages sehr dicht. Die Scheibe mit den Röhrchen wird dann in eine Fassung gesetzt, die auf die Zuführungsröhre für die Spinnflüssigkeit aufgeschraubt werden kann. (2 Zeichnungen.)

Nach Latapie.

901. A. Latapie. Spindüse zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 431 096.

Die bisher in der Kunstseidefabrikation verwendeten Spindüsen sind schwierig herzustellen und benötigen die Benutzung des teuren Platins. Die Spindüse der Erfindung ist sehr billig. Sie besteht im wesentlichen aus einer Anzahl im Kreise angeordneter Glaskapillaren, die in eine Masse eingebettet sind, welche mit ihnen ein Stück bildet. Diese Masse kann bestehen: 1. aus hydraulischem oder anderem Zement, der mit einem gegen Schwefelsäure widerstandsfähigen Überzuge versehen ist, z. B. Asbest und Natriumsilikat; 2. aus Guttapercha und Paraffin; 3. aus Kautschuk, Talg, gelöschtem Kalk und Mennige; 4. aus einem Zement aus reinem gepulvertem Asbest, der mit sirupdickem, schwach alkalischem Natriumsilikat verrührt ist; 5. aus jeder Legierung, welche der Einwirkung von Schwefelsäure, in die die Spindüse eintaucht, widersteht, z. B. von Blei und Wismut, von Blei, Antimon und Wismut usw.

Nach Boisson.

902. A. Boisson. Vorrichtung zur Herstellung glänzender Fäden aus Zelluloselösungen.

Franz. P. 436 556.

Die Spindüse nach diesem Patent besteht aus einer mit Löchern versehenen Platte, die durch Schraubkappen an der Zuführungsleitung befestigt ist. Vor der Spinnöffnung ist in der Leitung ein Filter angebracht. (2 Zeichnungen.)

Nach dem

903. franz. Zusatzpatent 15 925

wird eine Spindüse benutzt, die aus einer einfachen Scheibe besteht, welche Löcher in verschiedener Anzahl hat. Die Scheibe besteht aus einem hinreichend widerstandsfähigen Stoff, wie Glimmer, Gold-Iridium, Ebonit usw.

904. Franz. Zusatzpatent 16 058.

Bei der Einrichtung des Hauptpatentes ist die die Fäden bildende, gelochte Scheibe an dem Ende der Zuführungsröhre für die Zelluloselösung durch eine Schraubkappe befestigt. Das hat verschiedene Nachteile, da die Verschraubung dauernd in das Fallbad eintaucht. Nach der vorliegenden Erfindung fällt die Verschraubung weg, die Befestigung der Spinnscheibe geschieht hier durch eine Art Bajonettverschluß mittels eines Bügels, der auf einer ansteigenden Fläche gleitet. Das Schließen und Öffnen der Spinnvorrichtung kann dadurch einfach und schnell erfolgen. (2 Zeichnungen.)

Nach Buffard.**905.** Ch.-Fr. Buffard. Mehrfache Spinndüse zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 442 630.

Zur Herstellung zusammengesetzter Fäden verwendete man bisher Spinnvorrichtungen, bei denen man mehrere Spinnöffnungen aus ausgezogenen Glasröhren auf einem gemeinsamen Rohre anordnete, oder man benutzte Metallkappen, deren Ende aus Platin war und die nötige

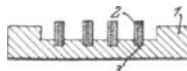


Fig. 318.

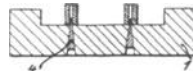


Fig. 319.

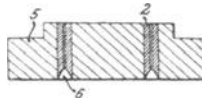


Fig. 320.



Fig. 321.

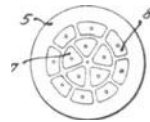


Fig. 322.

Anzahl Löcher enthielt. Es ist nun schwer, in ein Platinblech so feine Löcher zu bohren, wie man sie braucht, die Löcher werden selten ganz gleichmäßig. Auch brechen die Bohrwerkzeuge leicht. Nach der vorliegenden Erfindung sucht man kapillare Glasröhrchen oder Röhrchen aus widerstandsfähigem Metall aus von dem Durchmesser, den man haben will, bringt sie in einer Form an und verbindet sie durch Zement oder ein anderes beim Erstarren sich ausdehnendes Bindemittel. Die so vereinigten Röhrchen halten den beim Spinnen wirkenden Druck, ohne sich zu verschieben, aus. Die Fig. 318 und 319 zeigen, wie die Kapillarröhrchen 2 in der Form 1 untergebracht werden, man kann sie geradlinig, rautenförmig oder im Kreise anordnen. Die Röhrchen sitzen in der Form in Vertiefungen 3 oder auf geeigneten Haltern 4. Die Fig. 320 und 321 zeigen die eingegossenen Röhrchen, 5 ist das umgebende Bindemittel. Die äußere Form der Röhrchen wird so gewählt, daß sie nach dem Eingießen gut festhalten, ihre innere Öffnung entspricht der Form des zu erzeugenden Fadens. Man setzt z. B., wie in Fig. 322 gezeigt, eine runde Spinndüse in der Mitte aus dreieckigen Röhrchen 7 und am Rande aus trapezförmigen 8 zusammen.

906. Ch.-Fr. Buffard. Spinnndüse zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 442 631.

Die Erfindung bezieht sich auf eine Spinnndüse mit mehreren Öffnungen, die dadurch hergestellt wird, daß in einem Glaskern Metalldrähte in der Achse der Löcher, die man zu erhalten wünscht, eingebettet werden, und daß man danach die Drähte durch Säure herauslöst. Da die Drähte von vornherein kalibriert sind, so erhält man billig und leicht Spinnndüsen mit mehreren Löchern von gewünschtem Durchmesser. In Fig. 323 bezeichnet 1 eine Form mit Löchern, in die man senkrecht oder geneigt die Drähte 2 einspannt. Dann gießt man in die Höhlung 3 Glas, welches die Drähte umschließt. Nach dem Herausnehmen des Glas-

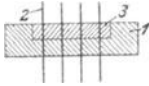


Fig. 323.

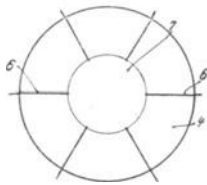


Fig. 324.

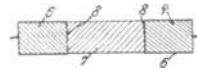


Fig. 325.

kerns aus der Form löst man die Drähte durch Säure heraus und hat dann an ihrer Stelle Kanäle von der gewünschten Dicke. Die Drähte können z. B. aus Kupfer sein, man kann sie elektrolytisch mit einem säurefesten Metall, z. B. Nickel oder Platin, überziehen, um sie widerstandsfähiger gegen Formveränderungen beim Einschmelzen zu machen. In diesem Falle bleibt nach dem Weglösen des Kupfers ein feines Röhrchen von Nickel oder Platin. In Fig. 324 stellt 4 einen Ring aus Glas dar, der eine Öffnung 7 hat. Er ist an mehreren Stellen von Drähten 6 umspannt, die sich im rechten Winkel darumlegen (Fig. 325). Man füllt den Hohlraum 7 mit Glas, setzt dann das Ganze in eine Form und erhitzt in einem Ofen, bis die Glasteile 4 und 7 verschmolzen sind. Die Drähte bilden einen zur Ebene des Körpers senkrechten Teil 8, der von oben nach unten durchgeht. Man schleift dann den Körper oben und unten ab, bis die Enden der Teile 8 freiliegen, dann bearbeitet man mit Säure. Statt des Glases könnte man auch einen säurefesten Zement verwenden.

Nach Burill.

907. P. Burill. Spinnndüse zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 442 632.

Die jetzt angewendeten Spinnndüsen bestehen aus einer Platte oder Schraubkappe mit feinen Löchern. Jede Spinnndüse wird am Ende der die Spinnlösung zuführenden Röhre durch eine Verschraubung festgehalten, die sich an einen entsprechend geschnittenen Teil der Zuführungsröhre für die Spinnlösung anlegt. Damit sie gegen Säure und Hitze widerstandsfähig sind, bestehen die Düsen meist aus Platin. Um sie sicher befestigen zu können, muß man sie ziemlich groß machen,

was die Einrichtung teuer macht, auch ist die Befestigung am Ende der Zuführungsröhre ziemlich gewichtig und führt leicht zu Bruch. Gegenstand der Erfindung ist eine Spinddüse, die aus einer einfachen Platte besteht, die gelocht und am Ende einer Glasröhre eingeschmolzen ist. Man bringt am Ende einer Glasröhre eine Ausbuchtung an, in die man die Platte aus Platin, Nickel oder einer säurebeständigen Ferrosiliziumverbindung einlegt. Über der Platte biegt man dann die Röhre um, so daß die Platte fest sitzt. Die Glasröhre kann am Ende eine kegelförmige Erweiterung haben, in die man die Platte einlegt. Sie wird wieder durch Umbördeln festgehalten. Die Einrichtung ist billig und dauerhaft. (2 Zeichnungen.)

Nach Girard und Buffard.

908. P. Girard u. Ch. Buffard. Spinddüse zur Herstellung künstlicher Fäden.

Franz. P. 445 783.

Bei dieser Spinddüse ist eine größere Anzahl Spinnöffnungen in einer Platte aus säurewiderstandsfähigem Stoff vereinigt. Die Platte ist mit der entsprechenden Anzahl Löcher versehen, in welche die mit je einem Loch versehenen Plättchen für den Durchtritt der Fäden eingepaßt werden. Die Plättchen werden durch Zement auf ihren Sitzen festgehalten, sie können flach oder gewölbt sein. (6 Zeichnungen.)

Nach Criggall.

909. J. E. Criggall, Wolverhampton. Verbesserung an Düsen zum Verspinnen von Zellulose-, z. B. Viskoselösungen für die Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 18 965¹⁹¹².

Bisher hat man die Spinnöffnungen in gepreßten Platinblechen angebracht. Dabei muß man den Teil, in welchem die feinen Spinnöffnungen sitzen, dünn machen, damit Öffnungen von der erforderlichen Feinheit angebracht werden können. Die anderen Teile der Spinddüsen müssen dagegen stark sein, damit sie an den Zuführungsröhren befestigt werden können. Da nun die Spinddüsen aus einem Stück Metallblech hergestellt werden, war es nicht möglich, den gelochten Teil so dünn herzustellen, daß hinreichend feine Löcher darin gebohrt werden können, außerdem macht die Herstellung der Spinddüse aus Platin die Einrichtung teuer, und da der gelochte Teil nicht überall gleich stark war, hatten die einzelnen Spinnöffnungen nicht immer dieselbe Länge, es kam daher vor, daß die erzeugten Fäden in der Dicke ungleichmäßig waren. Die Erfindung vermeidet diese Übelstände. Die Spinddüse wird aus zwei Teilen hergestellt, die durch Umlegen von Flanschen miteinander verbunden werden. Die einzelnen Teile bestehen aus beliebigen Metallen oder Metallverbindungen, die von der Zelluloselösung nicht angegriffen werden und sie auch nicht angreifen. Der gelochte Teil kann sehr dünn und durchweg gleichmäßig hergestellt werden, der andere Teil kann so stark sein, daß er sicher befestigt werden kann, er kann z. B. aus einem

billigeren Metall bestehen als aus Platin. In Fig. 326 ist der gelochte Teil 1 der Spinndüse mit dem Flansch 2 dargestellt. Fig. 327 zeigt den an die Zuführungsröhre anzuschließenden Teil 3 mit dem Flansch 4, der zur Verbindung mit der Zuführungsröhre dient, und dem Flansch 6, an dem der gelochte Teil befestigt wird. Fig. 328 zeigt, wie der gelochte Teil 1 an dem Flansch 6 befestigt ist, in Fig. 329 ist der Flansch 6 mit dem darübergreifenden Teil 2 an den Teil 3 angedrückt. Fig. 330 zeigt eine Vorderansicht der fertigen Spinndüse und Fig. 331 eine Ansicht von unten.



Fig. 326.

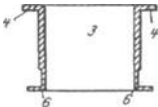


Fig. 327.

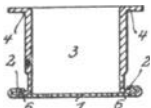


Fig. 328.

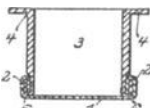


Fig. 329.

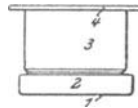


Fig. 330.

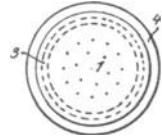


Fig. 331.

Nach Laroche.

910. J.-L. Laroche. Spinndüse mit mehreren Löchern zum Spinnen von Kunstfäden.

Franz. P. 459 849.

Die Spinndüse ist dadurch gekennzeichnet, daß die Löcher in Glas oder anderem unangreifbaren Stoffe so gebohrt sind, daß die auf Fäden zu verarbeitende Masse durch zunächst verhältnismäßig weite Öffnungen austritt, deren Querschnitt dann abnimmt, und die schließlich regelmäßig zylindrisch sind. Fig. 332, 333 und 334 zeigen einzelne Stufen der Herstellung der Düse, Fig. 335 zeigt, daß die Form des Loches mehr

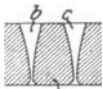


Fig. 332.



Fig. 333.



Fig. 334.



Fig. 335.

oder weniger ausgeweitet und der ausgeweitete Teil mehr oder weniger ausgesprochen geschweift sein kann je nach der Natur des zu verspinnenden Stoffes. In der Zeichnung zeigt *a* stark vergrößert die Masse, in der die Löcher angebracht sind. Sie werden mit den Hilfsmitteln gebohrt, die zum Bohren der Ziehdiamanten für Metallfäden verwendet werden. In der ersten Phase (Fig. 332) stellt man ein regelmäßig geschweiftes Loch *b* oder *c* her. In der zweiten Phase (Fig. 333) stellt man durch einen Bohrer einen vollkommen zylindrischen Teil *d* her. Es kommt vor, daß der Rand des zylindrischen Teils nicht ganz sauber ist, es bilden sich durch Abspringen kleine Fehlstellen *e*. In der dritten Phase (Fig. 334) schleift man in der üblichen Weise die Fläche ab, auf die die Löcher ausmünden, und bringt so die Ungleichmäßigkeiten zum Verschwinden. Man erhält so Düsen, die für dieselbe Nummer mit Löchern von genau gleichem Querschnitt in dem zylindrischen Teil

versehen sind, der den Durchmesser der Fäden bestimmt. Eine solche Regelmäßigkeit konnte mit den bekannten Düsen nicht erzielt werden; sie gestattet, Fäden zu spinnen, die auf ihrer ganzen Länge genau die gleiche Dicke und vollkommen runden Querschnitt haben.

Nach Glanzfäden A.-G.

911. Glanzfäden A.-G., Petersdorf und Berlin. Spinndüse für die Herstellung von Kunstfäden.

D.R.P. 310 743 Kl. 29a vom 4. XII. 1917.

Die Düse ist aus Speckstein hergestellt, der alle Erfordernisse einer solchen Düse erfüllt und es ermöglicht, Düsen herzustellen, die an Güte Platin- und Glasdüsen mindestens gleichkommen, diesen aber vorzuziehen sind, da sie ungefähr nur $\frac{1}{10}$ des Preises der Platindüsen oder $\frac{1}{5}$ des der Glasdüsen kosten. Sie besitzen auch nicht die Sprödigkeit des Glases und schließen, was für Platindüsen nicht unwichtig ist, jede Diebstahlsgefahr aus, da sie für Dritte keinen Wert haben. In den Speckstein sind die feinen Löcher außerordentlich leicht zu bohren, bei dünner Schicht sogar zu stechen. Nach Fertigstellung der Düse wird sie durch Glühen erhärtet, wodurch sie allen chemischen und mechanischen Widerständen, z. B. hauptsächlich solchen, welche durch die dauernde Reibung des austretenden Fadens im Lochkanal entstehen, widersteht. Solche Düsen erlangen einen bedeutenden Härtegrad und sind gegen Säuren u. dgl. beständig.

Patentansprüche: 1. Spinndüse für die Herstellung von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus Speckstein hergestellt ist.

2. Spinndüse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie nach dem Bohren der kleinen Düsenöffnungen durch Ausglühen gehärtet ist.

Eine Spinndüse zur Herstellung von Streifen aus Viskoselösungen beschreiben noch Courtaulds Ltd., London, und J. E. Criggal im

912. brit. P. 127 155; Ver. St. Amer. P. 1 566 166; schweiz. P. 81 112; D.R.P. 351 099 Kl. 29a vom 17. VI. 1920 (Prior. Engl. 31. VII. 1918).

Die Ansprüche lauten:

1. Spritzdüse zur Herstellung von Kunstfäden aus Viskose und ähnlichen Zelluloselösungen, die für die Herstellung von künstlichem Strohgeflecht geeignet sind, dadurch gekennzeichnet, daß ihr Boden nach der Längsflucht der Schlitzöffnung geteilt ausgeführt wird.

2. Spritzdüse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Teilstücke des Düsenbodens auf einem inneren Flansch des Düsenkörpers bündig zusammenstoßend befestigt sind. (5 Zeichnungen.)

Nach Denis.

913. M. Denis, Mons, Belgien. Verfahren und Vorrichtung zum Durchstoßen und Reinigen des Kapillarrohres von Spinn-
düsen zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 263 786 Kl. 29a vom 11. II. 1913 (gelöscht).

Bisher wurde bei der Herstellung von künstlicher Seide nach dem Kollodiumverfahren das Freimachen und Reinigen der Spinndüsen auf

chemischem und mechanischem Wege herbeigeführt. Es wurden die verstopften Spinddüsen zunächst der Wirkung geeigneter Säure unter Druck und bei geeigneten Temperaturen ausgesetzt, um die in dem Kapillarrohr enthaltenen Körperchen anzugreifen und zu lösen, und hierauf wurden die auf solche Weise zu Staub verwandelten Niederschläge durch einen entsprechend ausgezogenen Metalldraht entfernt. Diese Reinigungsart bietet verschiedene technische Schwierigkeiten und benötigt Handarbeit, die teuer und unwirtschaftlich ist. Die Säuren, die dazu dienen, die Fremdkörper, die in dem Kapillarrohr von 0,08 bis 0,12 mm Durchmesser enthalten sind, anzugreifen, werden durch die Anwesenheit von Luftblasen verhindert, diese Körper zu zersetzen; der Metalldraht, der noch einen geringeren Durchmesser als das Kapillarrohr hat, stößt hierbei auf einen nicht weichenden Widerstand, krümmt sich und biegt sich um, ohne daß er im Innern des zu reinigenden Kapillarrohres zur vollen Wirkung gelangt.

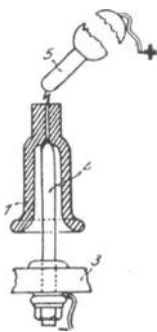


Fig. 336.

Nach der Erfindung wird das Durchstoßen und das Reinigen durch einen elektrischen Funken bewirkt. Dieser wird durch das Kapillarrohr hindurchgeschickt und zerstört durch Verbrennen, Schmelzen und Verflüchtigen die Fremdkörper, welche sich in dem Kapillarrohr festgesetzt haben. Beispielsweise genügt ein Funke von 14 mm Länge, der durch eine Induktionsspule durch einen Strom von 6 Volt erzeugt wird, um ungefähr in 10 Sekunden eine solche Spinddüse zu reinigen und auszubrennen, deren Kapillarrohr durch einen Metallkörper verstopft ist.

Das Glasrohr 1 (Fig. 336), das die Spinddüse bildet, wird, nachdem das getrocknete Kollodium entfernt ist, auf eine Metallspitze 2 gestellt, die in größerer Anzahl auf einem geeigneten Gestell 3 angeordnet sind. Jede Spitze 2 steht in Verbindung mit einer der Klemmen einer Induktionsspule. Die andere Klemme dieser Spule ist in Verbindung mit einer Spitze 5. Sobald man nun die Spitze 5 einer Spinddüse 1 nähert, schlägt ein Funke zwischen den Spitzen 2 und 5 durch, und es werden durch Verbrennen oder Schmelzen die Unreinigkeiten in dem Kapillarrohr entfernt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Durchstoßen und Reinigen des Kapillarrohres von Spinddüsen zur Herstellung künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß das Kapillarrohr von einem elektrischen Funken durchschlagen wird, der durch Schmelzung, Verbrennung oder Verflüchtigung die das Kapillarrohr versperrenden Fremdkörper entfernt.

2. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß auf einem geeigneten Gestell (3) eine oder mehrere mit einer der Klemmen eine Induktionsspule in Verbindung stehende Metallspitzen (2) angeordnet sind, und daß die andere Klemme der vorerwähnten Induktionsspule mit einer zweckmäßig beweglichen Spitze (5) verbunden ist, die alsdann, nach Einführen der Spitze (2) in das die verstopfte Spinddüse bildende Glasrohr, der Düse genähert werden kann.

Nach Köln-Rottweil A.-G.

914. Köln-Rottweil A.-G., Berlin. Spinndüse für Kunstfäden.
D.R.P. 319 443 Kl. 29a vom 15. VII. 1919 (gelöscht).

Verwendet man für die Stapelfaserherstellung die bekannten Düsen mit einer großen Anzahl von Löchern, so gelangt die Fällflüssigkeit wegen der großen Anzahl der aus den Öffnungen tretenden Strahlchen nicht oder nicht genügend zu dem Innern des Strahlenbündels. Hieraus ergibt sich eine Ungleichmäßigkeit des Strahlenbündels und eine Störung des Spinnvorganges. Nach der Erfindung wird diesem Mangel dadurch abgeholfen, daß die Düse im Boden mit einer großen Anzahl von Löchern ausgestattet ist, in deren Mitte ein Röhrchen mündet, durch welches Fällflüssigkeit unmittelbar in das Innere des Strahlenbündels gelangen kann. Das Röhrchen versteift außerdem die Lochplatte, die dann den Druck der Spinnmasse besser aushält. (vgl. Fig. 337.)

Patentanspruch: Spinndüse für Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß im Innern der Düse ein einerseits in der Düsenwand, andererseits in der Lochplatte mündendes Röhrchen vorgesehen ist, durch welches die Fällflüssigkeit in das Innere des Strahlenbündels geführt wird.

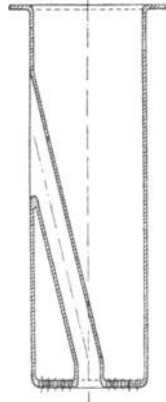


Fig. 337.

915. Köln-Rottweil A.-G., Berlin. Spinndüse für Kunstfäden aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 319 444 Kl. 29a vom 24. IV. 1919 (gelöscht).

Der vorstehend erwähnte Übelstand, daß die Fällflüssigkeit nur schlecht und schon teilweise neutralisiert oder verdünnt zu den mittleren Fäden des aus der Düse austretenden Fadenbündels gelangen kann, wird nach der Erfindung dadurch beseitigt, daß nicht die ganze Düsenfläche gleichmäßig mit Bohrungen versehen wird, sondern radiale Streifen, welche kleine Bohrungen erhalten, derart ausgespart werden, daß die Fällflüssigkeit durch die sich ergebenden Zwischenräume im Fadenbündel zur Mitte des Bündels gelangen kann. (Fig. 338.)

Patentanspruch: Spinndüse für Kunstfäden aus Zelluloselösungen mit über der ganzen Düsenfläche verteilten Bohrungen, dadurch gekennzeichnet, daß auf der Düsenfläche radiale Streifen freigelassen sind, welche keine Bohrungen tragen.



Fig. 338.

916. Köln-Rottweil A.-G., Berlin. Spinndüse für Kunstfäden aus Zelluloselösungen mit über der ganzen Düsenfläche verteilten Bohrungen.

D.R.P. 321 344 Kl. 29a vom 6. VIII. 1919, Zus. z. D.R.P. 319 444 (gelöscht).

Vom Rande des Düsenbodens her sind radial oder parallel oder in sonst beliebiger Linienführung eingeschnittene, eingedrückte oder sonst-

wie vertiefte Streifen nach der Mitte des Bodens hin angebracht zu dem Zweck, den Säurestrom in das Innere des Faserbündels zu erleichtern. Hierdurch kann die Fällflüssigkeit bereits an einer Stelle nach der Mitte der Düsenfläche gelangen, wo der Austritt der Fasern im Innern noch nicht erfolgt ist. Auf diese Weise kommt jede einzelne Faser bei ihrem Austritt aus der Düsenöffnung mit Sicherheit mit unverbrauchter Fällflüssigkeit in Berührung.

Patentanspruch: Spinndüse für Kunstfäden aus Zelluloselösungen mit über der ganzen Fläche verteilten Bohrungen nach Patent 319 444, dadurch gekennzeichnet, daß vom Rande des Düsenbodens her radial oder parallel oder in sonst beliebiger Linienführung eingeschnittene, eingedrückte oder sonstwie vertiefte Streifen nach der Mitte des Bodens hin angebracht sind, zu dem Zweck, den Säurestrom in das Innere des Faserbündels zu erleichtern. (6 Zeichnungen.)

Nach Kaempf.

917. A. Kaempf, Premnitz. Künstliche Seide.

Brit. P. 160 152 vom 3. XI. 1920; niederl. P. 7531 vom 23. VI. 1922 (Prior. vom 12. III. 1920).

Die Glaszylinder, aus denen die Düsen zum Spinnen künstlicher Seide geschnitten werden, werden dadurch erzeugt, daß man geschmolzenes Glas in das untere Ende einer Form einführt, in der sich ein Bündel gestreckter Drähte befindet. Das Glas wird eingegossen oder eingesaugt. Die Drähte sind an einer am Boden der Form angebrachten Platte befestigt und werden durch ein Gewicht gespannt gehalten. Die Form wird durch Widerstandsheizung oder Gas erhitzt. Die Zylinder mit den Drähten werden dann in Scheiben zerlegt und die Drähte durch Säuren herausgelöst. Durch Benutzung eines Glases von niedrigem Schmelzpunkt kann man Nickel- oder Silberdrähte benutzen. (Zeichnungen.)

918. A. Kaempf, Premnitz. Glasherstellung, künstliche Fäden.

Brit. P. 160 168 vom 14. III. 1921 (Prior. vom 12. III. 1920).

Kapillare Glasröhren mit feinen Drähten werden in ein Glasrohr gepackt, welches evakuiert und dann allmählich in einem Drehofen erhitzt wird, bis das Glas zusammenfällt und einen festen Block mit eingebetteten Drähten bildet. Nach dem Abkühlen wird in Scheiben zerschnitten, und die Drähte werden chemisch entfernt. (Zeichnung.)

Nach Sudenburger Maschinenfabrik und Eisengießerei A.-G.

919. Sudenburger Maschinenfabrik und Eisengießerei A.-G., Magdeburg, Zweigniederlassung vorm. F. H. Meyer, Hannover-Hainholz. Verfahren zur Herstellung von Spinndüsen.

D.R.P. 344 327 Kl. 29a vom 12. III. 1921 (gelöscht); brit. P. 161 526.

Es wird ein fortlaufender Metalldraht zunächst mit der plastischen Masse, die in Phenolformaldehydkondensationsprodukten, Kautschuk, Guttapercha od. dgl. bestehen kann, in der Weise umzogen, umpreßt oder umgossen, daß eine nachherige Berührung der Drähte ausgeschlos-

sen ist. Man zerlegt dann den Draht in Stücke von geeigneter Länge, vereinigt diese zu Bündeln und führt die Härtung oder Vulkanisierung durch. Es entsteht ein zylindrischer oder kantiger Körper, der dann in bekannter Weise unterteilt werden kann, worauf man aus den so entstandenen Platten die Drahtteile herauslöst.

Der Vorzug des Verfahrens liegt in der einfachen, billigen und zum großen Teil maschinellen Herstellung und in der Möglichkeit, aus den einzelnen, durch Zerschneiden des Drahtes gewonnenen Strängen Körper jedes gewünschten Durchmessers und jeder gewünschten Länge herzustellen, wobei die Drähte ohne Einspannen ganz gleichmäßig auf dem Querschnitt verteilt werden. Es bietet sich die Möglichkeit, Drähte von jeder gewünschten Länge und beliebigem Querschnitt auf die einfachste Weise mit einer beliebig dicken Schicht einer beliebigen Knet- oder preßbaren Masse zu überziehen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Spinddüsen durch Einbetten von Metalldrähten in einer plastischen, härtbaren Masse, wie z. B. Phenolformaldehydkondensationsprodukte, Kautschuk, Gutta-percha od. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß ein fortlaufender Metalldraht zunächst mit der plastischen Masse umzogen, umgossen oder umpreßt, in Stücke zerlegt, diese zu Bündeln vereinigt und fertig gehärtet oder vulkanisiert werden, worauf der entstandene zylindrische oder kantige Körper in bekannter Weise in Platten unterteilt und die Drahtteile herausgelöst werden.

920. Sudenburger Maschinenfabrik und Eisengießerei A.-G., Magdeburg, Zweigniederlassung vorm. F. H. Meyer, Hannover-Hainholz. Spinddüse zur Herstellung von Kunstfäden.

D.R.P. 361 735 Kl. 29a vom 11. IV. 1920 (gelöscht).

1. Spinddüse zur Herstellung von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß sie aus einem Phenolformaldehydkondensationsprodukt besteht.

2. Verfahren zur Herstellung von Spinddüsen, nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß eine zylindrische oder mehrkantige Gußform, in welcher parallel gerichtete Drähte aus unedlem Metall, z. B. Aluminium, Kupfer, Zink usw. ausgespannt sind, mit geschmolzenen Phenolformaldehydkondensationsprodukten gefüllt wird, worauf der entstandene Gußkörper in bekannter Weise gehärtet und nach Herausnahme aus der Form durch Sägen, Schneiden, Abstechen usw. in einzelne Platten unterteilt wird und die eingebetteten Drahtteilchen durch Herauslösen entfernt werden.

921. Sudenburger Maschinenfabrik und Eisengießerei A.-G., Magdeburg, Zweigniederlassung vorm. F. H. Meyer, Hannover-Hainholz. Verfahren zur Herstellung von Spinddüsen für Kunstfäden.

D.R.P. 364 543 Kl. 29a vom 13. I. 1921 (gelöscht), Zus. z. D.R.P. 361 735.

Ein aus Metalldrähten und Textilfäden gebildetes Gewebe wird mit Phenolformaldehydkondensationsprodukten getränkt und vor oder nach dem Tränken in einer Stoffbreite, welche die gewünschte Anzahl Metall-

drähte enthält, so aufgerollt, daß die Metalldrähte längs in der Rolle stehen. Die Rolle wird mit der gleichen Masse umgossen und der Körper gehärtet. Hierauf werden Scheiben abgetrennt und aus ihnen die Drähte durch Lösen entfernt. Das zur Tränkung der Faser dienende Phenolkondensationsprodukt kann auch durch aufeinanderfolgende Behandlung der Faser mit seinen Einzelbestandteilen in dieser selbst erzeugt werden.

Nach Kühnel.

922. R. Kühnel, Berlin. Spinndüse und Verfahren zu ihrer Herstellung.

D.R.P. 360 000 Kl. 29a vom 11. VI. 1920.

Zur Ersparnis von Edelmetall für die Spinndüsen hat man diese aus unedlem Metall hergestellt und vergoldet. Das Gold nutzt sich aber ab, und dann wird das unedle Metall angegriffen. Nach der Erfindung wird die Düse auch aus unedlem Metall hergestellt, in die Düsenöffnungen werden aber Edelmetallkörper eingesetzt. Die Düsenöffnungen sind von ungleichem Durchmesser, so daß der eingesetzte Edelmetallkörper durch Vernietung völlig festgehalten wird. Nach dem Einsetzen werden die äußere und innere Fläche abgeschliffen und hierauf die Spinnlöcher gebohrt.

Patentansprüche: 1. Spinndüse aus unedlem Metall mit eingesetzten Edelmetalldüsen, dadurch gekennzeichnet, daß in Löcher von in der Längsrichtung ungleichmäßigem Querschnitt Körperchen aus Edelmetall eingesetzt sind, die die Spinnöffnungen tragen, und zwar dergestalt, daß sie mit der Fläche der Spinndüse eine Ebene bilden und nicht dicker als die Blechstärke des Körpers der Spinndüse sind.

2. Verfahren zur Herstellung von Spinndüsen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Edelmetallkörperchen zunächst in die Löcher des Düsenkörpers eingewietet bzw. eingepreßt werden, worauf man die Fläche der ganzen Düse innen und außen abschleift und endlich die Spinnlöcher bohrt. (1 Zeichnung.)

Nach Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation.

923. Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin-Treptow. Verschraubung zum Befestigen von Spinndüsen für Kunstfäden.

D.R.P. 390 742 Kl. 29a vom 17. XII. 1922 (gelöscht).

Zum Befestigen der Düsen für künstliche Fäden auf den Spinnrohren sowie zum Anschluß der Spinnrohre an die Spinnleitung verwendet man gewöhnlich Verschraubungen aus Hartgummi oder einem anderen geeigneten, gegen Angriffe des Spinnbades genügend widerstandsfähigen Stoffe. In Fig. 339 ist ein solches Spinnrohr mit den Verschraubungen veranschaulicht.

Die Verschraubungen bestehen aus zwei Teilen: Einem Gewindeteil *a* und einer Überwurfmutter *b*. Das Spinnrohr *d* ist an beiden Enden mit je einem Flansch *f* versehen, auf welchen unter Zwischenlage einer Dichtung mit Hilfe der Verschraubungen die Düse *c* oder die Spinn-

leitung angeschlossen wird. Je ein Teil der Verschraubung, entweder der Gewindeteil *a* oder die Überwurfmutter *g* sitzt hinter den Flanschen am Spinnrohr. Diese Verschraubungsteile lassen sich nicht einfach auf das Spinnrohr aufstecken, sondern müssen schon bei der Herstellung des Spinnrohres aufgebracht werden. Bei einer großen Zahl im Betrieb befindlicher Spinnrohre muß natürlich eine entsprechend große Menge Ersatzrohre vorhanden sein, um so mehr, als diese aus Glas hergestellt werden und leicht zerbrechen, was wiederum auch eine entsprechende Anzahl an Verschraubungen erfordert.

Die Erfindung bezweckt nun, diesen Nachteil zu vermeiden. Die Verschraubungsteile, die am Spinnrohr sitzen, werden nicht mehr, wie bisher, aus einem Stück ausgeführt, sondern aus zwei oder mehr genau

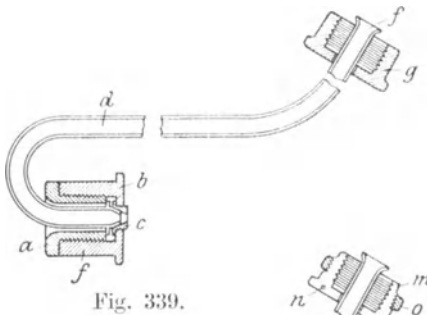


Fig. 339.

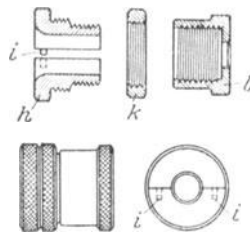


Fig. 341.

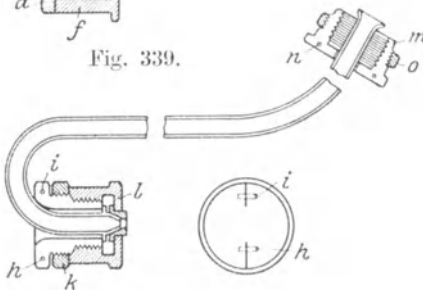


Fig. 340.

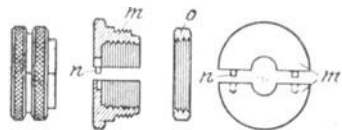


Fig. 342.

aufeinander passenden Teilen zusammengefügt. Diese Teile werden durch eine geeignete Vorrichtung, z. B. eine Mutter, zusammengehalten und zu einem Stück verbunden. In Fig. 341 und 342 sind solche Verschraubungen dargestellt. Fig. 341 stellt eine Verschraubung zur Befestigung der Düse am Spinnrohr, Fig. 342 eine solche zur Befestigung des Spinnrohres an der Spinnleitung dar. Der Gewindeteil *h* der Verschraubung (Fig. 340) ist zweiteilig ausgeführt. Die beiden Teile werden durch zwei Stifte *i* und durch die Mutter *k* zusammengespannt. Die Mutter *l* dient dann in üblicher Weise dazu, die Spindüse einzuklemmen. In gleicher Weise ist die Verschraubung, Fig. 342, hergestellt. Sie besteht aus den beiden Teilen *m*, die durch Stifte *n* zusammengehalten und nach Aufsetzen auf das Spinnrohr mittels der Mutter *o* zusammengehalten werden. In Fig. 340 sind diese beiden Verschraubungen an den beiden Enden eines Spinnrohres angebracht. Man ersieht ohne weiteres, daß beim Auswechseln eines Spinnrohres beide Verschraubungen nach

Lösen der Mutter k oder o auseinandergenommen werden können und sich bequem auf ein neues Rohr wieder aufsetzen lassen.

Patentanspruch: Verschraubung für mit Endflanschen versehene Spinnrohre für Kunstfäden zum Befestigen von Spindüsen an den Spinnrohren sowie zum Abschließen der Spinnrohre an die Spinnleitung, dadurch gekennzeichnet, daß die an den Flanschen (f) liegenden Schraubteile (m , h) zum Auseinandernehmen geteilt, in ihrer gegenseitigen Lage z. B. durch Stifte (i) gesichert und durch einen über den Flansch geschobenen Ringkörper, z. B. eine Mutter, (o , k) zusammengehalten sind.

Nach Ohlson.

924. O. Ohlson, West Newton, Mass. Vorrichtung zum Bilden von Fäden.

Ver. St. Amer. P. 1 337 258 vom 20. IV. 1920, angem. 19. V. 1919.

Die Vorrichtung besteht aus einem becherartigen Metallkörper mit mehreren verhältnismäßig weiten Öffnungen im Boden. In diesen Bodenöffnungen sind verhältnismäßig dünne Platten mit je einer feinen Spinnöffnung befestigt. (Zeichnung.)

Nach Dreyfus und Leonard.

925. C. Dreyfus und G. Leonard, Cumberland, Md. (The American Cellulose & Chemical Manufacturing Company, Ltd., New York). Spinn-düse zur Herstellung künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 492 594 vom 6. V. 1924, angem. 26. VIII. 1921.

Eine Metallplatte mit feinen Öffnungen zum Durchtritt der Fäden ist zwischen Verstärkungsplatten eingeklemmt, die an den Stellen, wo die Spinnöffnungen sitzen, weitere Öffnungen, als es die Spinnöffnungen sind, haben. (Zeichnungen.)

Nach Schröder.

926. Dr. R. Schröder, Berlin. Spinnbrause.

D.R.P. 395 524 Kl. 29a vom 2. XI. 1922.

Bei Spinnbrausen zur Herstellung von Kunstseidefäden aus Zelluloselösungen ist es bekannt, im Düsenboden vom Rande nach innen verlaufende Vertiefungen anzubringen zu dem Zwecke, den Säurezustrom in das Innere des Fadenbündels zu erleichtern. Bei der den Erfindungsgegenstand bildenden Spinnbrause für nach dem Streckspinnverfahren arbeitende Vorrichtungen zur Herstellung von Kunstseidefäden aus Zelluloselösungen kommt es in erster Linie darauf an, vor dem Austritt der Zelluloselösung aus der Spinnbrause einen Wärmeaustausch zwischen Zelluloselösung und Fällflüssigkeit herbeizuführen. Zu diesem Zwecke ist der Siebboden der Spinnbrause mit einer Vielzahl von radialen, wellenförmigen Ausbauchungen versehen, an deren hervorragendster Stelle sich je nur eine Reihe von Austrittsöffnungen befindet. Dadurch wird ein besonders wirksamer Wärmeaustausch zwischen Zelluloselösung und Fällflüssigkeit durch den Siebboden hindurch erreicht, so daß die beiden Flüssigkeiten ungeachtet der unvermeidlichen Wärmeverluste in den Zuleitungen beim Eintritt der Fäden in die Fäll-

flüssigkeit die gleiche oder nahezu die gleiche Temperatur besitzen, was die Güte und Gleichmäßigkeit der Fäden günstig beeinflusst. Das gleiche Ziel kann dadurch erreicht werden, daß der Boden der Spinnbrause mit nockenförmigen Ausbauchungen versehen ist, an deren tiefster Stelle

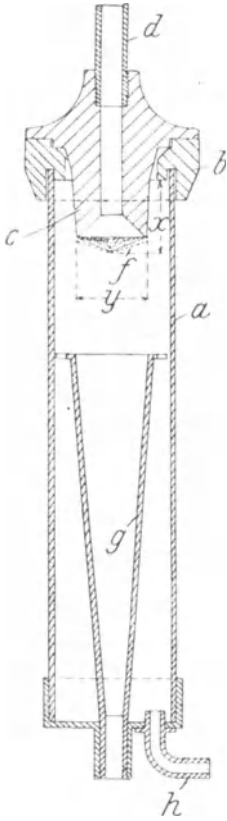


Fig. 343.

sich je nur eine Austrittsöffnung befindet. Um den Wärmeaustausch zu steigern, empfiehlt es sich, die Spinnbrause selbst um einen Betrag in die Fällflüssigkeit cintauchen zu lassen, der mindestens gleich oder größer ist als der Durchmesser der Brause.

Die neue Ausbildung des Brausenbodens gewährt neben einem wirksamen Wärmeaustausch zwischen Zelluloselösung und Fällflüssigkeit noch den Vorteil, daß die unter Umständen in der Fällflüssigkeit emporsteigenden Luftblasen sich oberhalb der Austrittsöffnungen für die Zelluloselösung zwischen den Ausbauchungen des Siebbodens sammeln, so daß sie nicht mehr, wie bisher, die aus der Brause austretenden Fäden schädlich beeinflussen. Vorteilhaft verlaufen dabei die wellenförmigen Ausbauchungen in radialer Rich-

tung, während der Siebboden der Brause gewölbt oder kegelig gestaltet ist. Die Luftblasen werden dann nach dem Rande der Spinnbrause abgeleitet, ohne den Austritt der Fäden aus den Öffnungen der Brause zu stören. Dadurch kann unter Umständen die bisher erforderliche besondere Entlüftung der Fällflüssigkeit vor dem Eintritt in die Spinnvorrichtung entbehrt werden.

Fig. 343 zeigt ein Ausführungsbeispiel der Spinnvorrichtung im senkrechten Längsschnitt. Fig. 344 zeigt den Siebboden der Spinnbrause, in etwas größerem Maßstabe teilweise in Seitenansicht, teilweise im senkrechten Schnitt und Fig. 345 in Ansicht von oben. Fig. 346 und 347 geben eine andere Ausführungsform des Siebbodens im senkrechten Schnitt und in Ansicht von oben wieder. *a* ist ein Glaszylinder, an dessen oberem Rand der Tragring *b* für die Spinnbrause angeklipptet

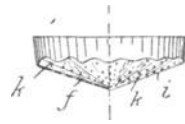


Fig. 344.

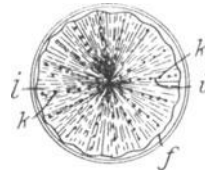


Fig. 345.

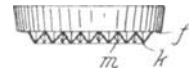


Fig. 346.

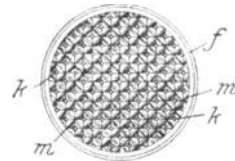


Fig. 347.

ist. Sie besteht aus dem Brausenkopf *c* mit dem Anschlußstutzen *d* für die Speiseleitung und dem auswechselbaren Siebboden *f*. Unterhalb der Brause ist im Zylinder *a* ein Glastrichter *g* angeordnet, der dazu dient, die aus der Brause austretenden Fäden zusammen mit einer Fällflüssigkeit nach abwärts zu führen. Die Zuleitung der Fällflüssigkeit erfolgt am unteren Ende des Zylinders *a* mittels des Anschlußstutzens *h*, und zwar in solcher Menge, daß der Zylinder ungeachtet des stetigen Abflusses durch den Trichter *g* immer bis oben hin mit Fällflüssigkeit gefüllt ist. Der Kopf *c* der Spinnbrause taucht in den die Fällflüssigkeit enthaltenden Zylinder *a* um einen Betrag *x* ein, der mindestens gleich groß, vorteilhaft aber größer ist als der Durchmesser *y* der Spinnbrause. Dadurch tritt ein weitgehender Wärmeaustausch zwischen der durch den Kopf der Brause fließenden Zelluloselösung und der den Kopf umgebenden Fällflüssigkeit ein, so daß die Zelluloselösung bei ihrem Austritt aus den Löchern des Siebbodens die gleiche oder nahezu die gleiche Temperatur wie die Fällflüssigkeit besitzt. Um den Wärmeaustausch zu steigern, ist der Siebboden *f* der Spinnbrause mit wellenförmigen Ausbauchungen *i* versehen, an deren hervorragendsten Stellen sich je eine Reihe von Austrittsöffnungen *k* befindet. Die wellenförmigen Ausbauchungen *i* verlaufen beim Ausführungsbeispiel nach Fig. 344 und 345 in radialer Richtung, während der Siebboden *f* gleichzeitig etwas kegelig gestaltet ist. Das hat zugleich den Vorteil, daß die in der Fällflüssigkeit etwa emporsteigenden Luftblasen sich oberhalb der Austrittsöffnungen *k* zwischen den Ausbauchungen *i* sammeln und dann zum Rande der Spinnbrause geleitet werden, sodaß sie den Austritt der Fäden aus der Spinnbrause nicht mehr stören, also die Fäden nicht schädlich beeinflussen können.

Statt mit wellenförmigen Ausbauchungen könnte der Siebboden auch, wie in Fig. 346 und 347 dargestellt, mit nockenförmigen Ausbauchungen *m* versehen sein, wobei sich je eine Austrittsöffnung *k* ebenfalls an der hervorragendsten Stelle der Ausbauchungen befindet. Vorteilhaft wird hierbei der Siebboden ebenfalls etwas kegelig gestaltet oder gewölbt.

Patentansprüche: 1. Spinnbrause für nach dem Streckspinnverfahren arbeitende Vorrichtungen zur Herstellung von Kunstseidenfäden aus Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Boden (*f*) der Spinnbrause mit vielen wellenförmigen radialen Ausbauchungen (*i*) versehen ist, an deren hervorragendster Stelle sich je nur eine Reihe von Austrittsöffnungen (*h*) befindet.

2. Spinnbrause nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Boden der Spinnbrause mit vielen nockenförmigen Ausbauchungen (*m*) versehen ist, an deren hervorragendster Stelle sich je eine Austrittsöffnung befindet.

Nach Hartogs.

927. Dr. J. G. Hartogs, Arnhem, Holland. Spinnöse.

D.R.P. 403 735 Kl. 29a vom 16. VI. 1922 (Prior. Niederl.: 28. 6. 21).

Bei der Herstellung künstlicher Fäden durch Auspressen einer Zellstofflösung aus mit sehr feinen Öffnungen versehenen Spinnösen in ein

Fällbad hat es sich als nachteilig erwiesen, daß nur die äußeren Fäden des aus der Düse austretenden Bündels mit der vollen Konzentration des Spinnbades in Berührung kommen, die inneren dagegen nur mit einer Fällflüssigkeit, die schon die äußeren Fäden koaguliert hat und daher in ihrer Konzentration verändert worden ist. Man hat schon versucht, zur Beseitigung dieses Übelstandes die Konzentration des Spinnbades in der Zone, wo es mit der aus der Düse austretenden Zellstofflösung in Berührung kommt, dadurch zu beeinflussen, daß man der Spinnvorrichtung eine besondere Gestaltung gegeben hat. Beispielsweise hat man durch ein besonderes, in der Mitte der Düse mündendes Rohr Fällflüssigkeit in das Innere des Fadenbündels hineingeleitet, oder man hat in der Düsenoberfläche löcherfreie radiale Zonen geschaffen, durch die das Fällbad auch zu den inneren Fäden gelangen kann, s. S. 739. Abgesehen davon, daß auch bei diesen Einrichtungen immer noch Fadengruppen übrig bleiben, zu denen der Zutritt des Fällbades erschwert ist, und daß sich ziemlich kompliziertere Düsenformen ergeben, haben sie alle den Nachteil, daß ein mehr oder weniger erheblicher Teil der Düsenoberfläche nicht für die Anbringung von Löchern nutzbar gemacht werden kann.

Gemäß der Erfindung erhalten nun die Spindüsen eine Gestalt, bei der der gewünschte Erfolg ohne diese Nachteile und mit einfachsten Mitteln erzielt werden soll, indem sie stark kegelförmig vorspringend gestaltet und die kapillaren Öffnungen in Höhenzonen angeordnet sind. Die Fällflüssigkeit gelangt demzufolge zu den inneren Fäden, d. h. wenn in der Richtung nach oben gesponnen wird — zu den aus höheren oder — wenn nach unten gesponnen wird — zu den aus tieferen Zonen austretenden Fäden nur zwischen Fäden hindurch, die schon in den vorhergehenden Zonen koaguliert worden sind, also die Konzentration des Fällbades nicht mehr beeinflussen können; es gelangt also die Flüssigkeit mit ihrer vollen Konzentration auf die Fäden der inneren Zonen zur Wirkung.

In Fig. 348 ist die Düse spitzkegelförmig gestaltet, in Fig. 349 ist die Spitze des Kegels etwas abgerundet. Die kapillaren Öffnungen sind in Zonen 1, 2, 3 usw. in verschiedener Höhenlage angeordnet.

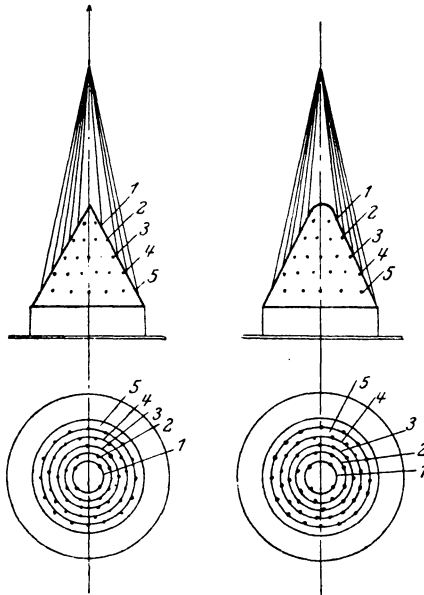


Fig. 348.

Fig. 349.

Patentanspruch: Spinndüse für die Herstellung künstlicher Fäden aus Zellstofflösungen, dadurch gekennzeichnet, daß sie kegelförmig vorspringend gestaltet ist und die kapillaren Öffnungen in Höhenzonen angeordnet sind.

Nach Levy.

928. L. A. Levy, London. Apparat zur Herstellung von Fäden.
Brit. P. 213 138 vom 23. IV. 1923.

Die gläsernen, in feine Öffnungen auslaufenden Spinndüsen sitzen in geeigneten Öffnungen einer Platte, in denen sie durch einen rechtwinklig umgebogenen Rand und Schraubpfropfen festgehalten werden. Sie enthalten ein Filter aus Baumwolle auf feinem Seidenstoff. (Zeichnung.)

Über Tantal zu Spinndüsen vgl. H. Jentgen, Deutsche Faserstoffe u. Spinnpflanzen 1921, S. 38. Über Spinndüsen aus Molybdän s. S. 565.

Nach Schülke.

929. Dr. E. Schülke, Hannover. Vorrichtung zum Reinigen von Spinndüsen.

D.R.P. 342 536 Kl. 29a vom 22. II. 1921 (gelöscht).

Die Reinigung der mit sehr feinen Öffnungen versehenen Düsen geschah bisher meist durch chemische Behandlung und nachfolgendes Aus-

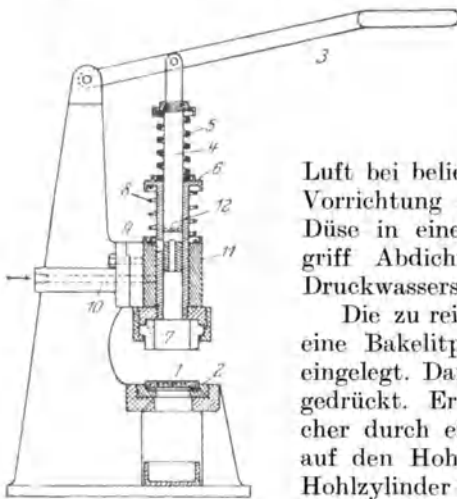


Fig. 350.

spritzen mit Wasser oder Druckluft. Gegenstand der Erfindung ist eine besonders einfache Vorrichtung zur raschen Ausführung des Aus-

spritzens mit Wasser oder Luft bei beliebigen Arten von Düsen. Die Vorrichtung gestattet nach Einlegen der Düse in eine Fassung durch einen Handgriff Abdichtung und Einschaltung des Druckwassers oder der Druckluft.

Die zu reinigende Düse 1 (Fig. 350), z. B. eine Bakelitplatte, wird in die Fassung 2 eingelegt. Darauf wird der Hebel 3 niedergedrückt. Er wirkt auf den Kolben 4, welcher durch eine starke Feder 5 den Druck auf den Hohlzylinder 6 überträgt. Dieser Hohlzylinder 6 trägt an seinem unteren Ende das Gummimundstück 7 und wird durch eine schwächere Feder 8 in seiner Ruhelage ge-

halten. Beim Niederdrücken des Hebels 3 wird die schwächere Feder 8 zusammengedrückt, bis das Mundstück 7 die Düse 1 berührt. In dieser Lage deckt sich eine in dem Hohlzylinder 6 seitlich angebrachte Bohrung 9 mit der Austrittsöffnung 10 für das Druckwasser in dem als Halter dienenden Außenzylinder 11. Der Durchtritt des Druckwassers ist erst dann möglich, wenn der Hebel 3

weiter niedergedrückt wird und damit der Kolben 4, welcher bisher den Wasserzutritt zum Gummimundstück abspernte, durch seine seitliche Bohrung 12 den Durchgang vermittelt. Beim Loslassen des Hebeis geht zuerst der Innenkolben 4 in die Höhe, und das Druckwasser ist dadurch abgespernt, bevor die Düse freigelegt wird. Unterhalb der Düse ist eine flache, mit Wasser gefüllte Schale angeordnet, auf welche die feinen Strahlen aufsprühen, welche aus der Düse austreten. Man ist dadurch in der Lage, zu beobachten, wieweit die einzelnen Bohrungen freigelegt sind. Statt Wasser kann auch Druckluft durch die Vorrichtung gesandt werden.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Reinigen von Spinddüsen oder ähnlichen gelochten Platten mittels Druckwasser oder Druckluft, gekennzeichnet durch die Anordnung zweier ineinander geschobener Druckstempel, welche durch verschieden starke Federn in ihrer Ruhelage gehalten werden und den Zutritt von Druckwasser bzw. Druckluft zur Düse erst freigeben, wenn die zu reinigende Düse seitlich abgedichtet ist. (Vgl. Deutsche Faserstoffe u. Spinnpflanzen 1921, S. 120.)

Spinnverfahren und Spinnvorrichtungen.

Nach Strehlenert.

930. R. W. Strehlenert, Stockholm. Verfahren und Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide.

D.R.P. 96 208 Kl. 76 vom 10. II. 1897 (gelöscht); brit. P. 3832¹⁸⁹⁷; Ver. St. Amer. P. 702 163; schweiz P. 13 695.

Die bisher gebräuchlichen Herstellungsweisen künstlicher Seide leiden an dem Übelstande, daß der aus der ausgepreßten oder ausgezogenen Masse gebildete Faden leicht zwischen dem Preßmundstück und der Bobine, auf welcher er aufgewickelt wird, abreißt und dann von Hand wieder angeknüpft werden muß. Dieses häufige Abreißen des Fadens hat einen kontinuierlichen Betrieb unmöglich gemacht, und die Schwierigkeit, den einmal abgerissenen Faden wieder zu erfassen und von neuem um die Bobine zu legen, hat großen Zeitverlust und infolgedessen Verteuerung des Fabrikates verursacht. Durch das nachstehend beschriebene Verfahren erreicht man einerseits, daß sich der Faden vor dem Aufrollen zwirnt, und andererseits, daß ein abgerissener Faden von einem anderen benachbarten Faden aufgefangen wird, so daß infolgedessen die Möglichkeit eines kontinuierlichen Betriebes gegeben ist.

Die Vorrichtung ist in Fig. 351 und 352 im Vertikalschnitt dargestellt, und zwar zeigt Fig. 351 eine Vorrichtung für nicht kontinuierlichen, Fig. 352 dagegen eine solche für kontinuierlichen Betrieb. In beiden Fällen besitzt die Vorrichtung eine Anzahl von Preßmundstücken *A*, die mit einem oder mehreren Löchern zum Durchpressen der für die Herstellung künstlicher Seide bereiteten Lösung versehen sind. Diese Mundstücke, die man einzeln oder in Gruppen anbringen kann, stehen in Verbindung mit hohlen Zylindern *B*, die mit Zahnrädern *C* versehen sind und in entsprechenden Öffnungen eines gemeinsamen, in

dem Gestell *F* gelagerten Zahnrades *D*, das mittels einer geeigneten Triebvorstellung *E* gedreht wird, drehbar gelagert sind. Die Zahnräder können in Kugellagern gelagert sein, wie dies die Zeichnung andeutet. Die an den Zylindern befestigten Zahnräder *C* greifen in einen am Gestell

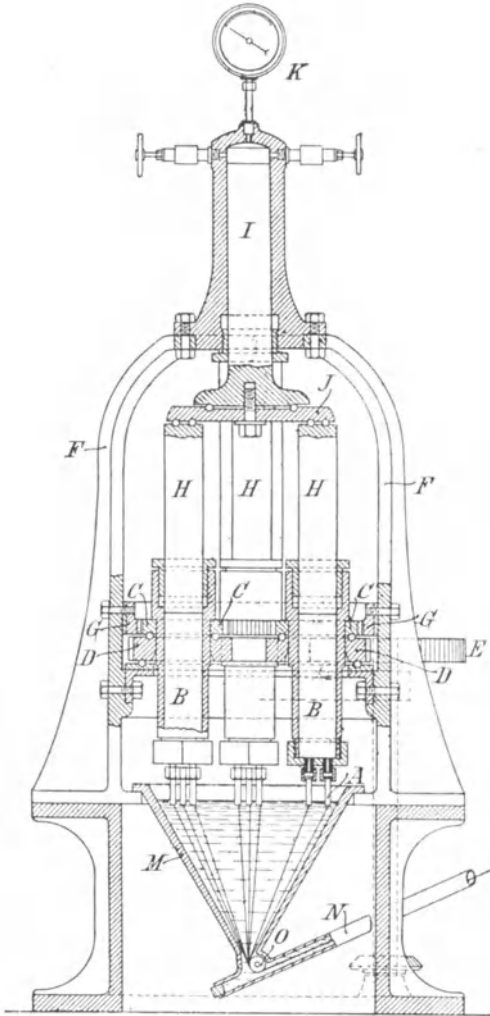


Fig. 351.

angebrachten gemeinsamen Zahnkranz *G* ein, so daß die Zylinder *B* bei der Umdrehung des Zahnrades *D* sowohl eine kreisförmige Bewegung als auch eine in dieser Kreisbahn umlaufende Bewegung erhalten. In den Zylindern *B* (Fig. 351) sind Preßkolben *H* verschiebbar, die nach Füllung der Zylinder mit der zubereiteten Lösung mittels eines hydraulischen Kolbens *I* und einer gemeinsamen Scheibe *J* in die Zylinder hineingepreßt werden, um die Lösung durch die Mundstücke *A* hinauszutreiben. Die Auspressung kann nach Beobachtung des Druckes der hydraulischen Leitung am Manometer *K* geregelt werden. Die in Fig. 352 dargestellte Vorrichtung für kontinuierlichen Betrieb besitzt einen in der Zeichnung nicht dargestellten Behälter für die zubereitete Flüssigkeit, welche unter Druck mittels Röhren oder Kanäle in die Mundstücke geleitet wird. Zur Überführung der Flüssigkeit aus dem festen Rohr in die sich drehenden und kreisenden Mundstücke dient ein

drehbares Klauenstück *L*, dessen Enden mittels geeigneter Stopfbüchsen abgedichtet werden können.

Die zweckmäßig in der Horizontalebene kreisenden Mundstücke können in eine Flüssigkeit hineintauchen, welche sich in einem unter ihnen angebrachten Trichter oder konischen Gefäß *M* befindet, von dessen schmalerem Teil ein Rohr *N* zu dem Behälter führt, in dem sich

die zur Aufwicklung des Fadens bestimmten Bobinen befinden. In dem Knie zwischen dem Trichter *M* und dem Rohr *N* liegt eine Nutenrolle *O* zur Leitung des Fadens. Auch kann man den Faden ohne Rolle über dieses Knie laufen lassen. In den Trichter gießt man eine Flüssigkeit, vorzugsweise Wasser, um die Fäden sogleich beim Spinnen auszuwaschen; diese Wasserzufuhr geschieht so, daß man das über den Rand

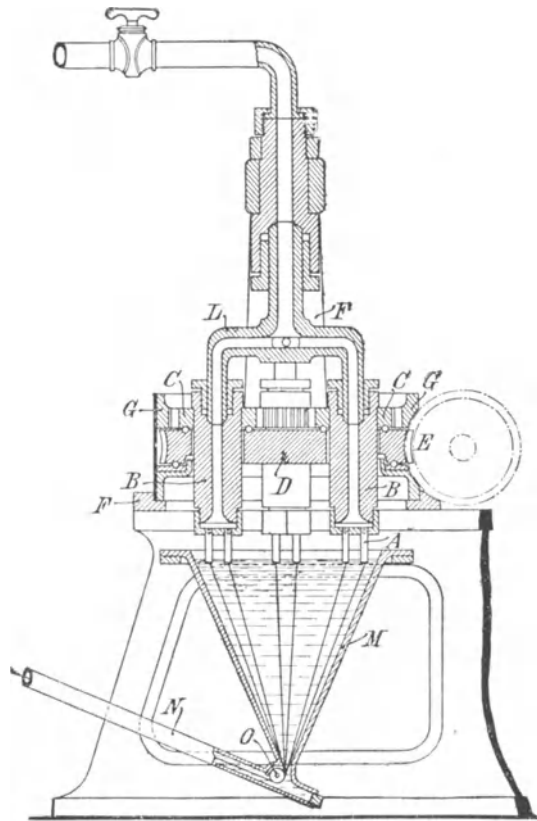


Fig. 352.

des unteren Fadenes von dem sich zusammendrehenden Faden mitgenommen, das freie obere, aus dem Mundstück hervorkommende Ende aber wird von dem benachbarten Faden erfaßt, bleibt daran kleben und begleitet den Faden zur Nutenrolle, so daß dem Fehler selbsttätig abgeholfen wird. Dieses Erfassen eines freien Fadenendes durch einen folgenden gespannten Faden wird ermöglicht teils durch die kreisförmige Bewegung der Zylinder sowie deren gleichzeitige Rotation und teils dadurch, daß die Fäden in eine sich drehende Flüssigkeit austreten, welche das Ausschleudern der Fäden in radialer Richtung verhütet. Die Verwendung von Wasser ist nicht notwendig, denn auch ohne Wasser wird ein zerrissener Faden von den benachbarten unzerrissenen Fäden aufgefangen und mitgenommen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Spinnen künstlicher Seide, bei welchem ein Wiederzusammenfügen eines gebrochenen Fadens von Hand dadurch entbehrlich gemacht wird, daß eine Anzahl von einzelnen aus Mundstücken ausgepreßten Fäden gegenseitig umeinander gewunden wird, um beim Bruch eines der zu einem Faden zu vereinigenden Einzeläden diesen selbsttätig wieder an die anderen anzulegen.

2. Vorrichtung zur Ausführung des unter 1. bezeichneten Verfahrens, bei welcher das Anlegen eines gebrochenen Fadens an die anderen Fäden dadurch selbsttätig geschieht, daß die mit einem oder mehreren Mundstücken für den Austritt der Seidenlösung versehenen Preßköpfe (*B*) neben ihrer rotierenden Bewegung noch eine solche im Kreise herum erhalten, um erst die Fäden eines jeden Preßkopfes (bei mehreren Mundstücken) und darauf die Fäden sämtlicher Preßköpfe zu vereinigen.

3. Vorrichtung der unter 2. bezeichneten Art, bei welcher einem Schleudern der aus den Mundstücken in ein mit Flüssigkeit gefülltes Gefäß eintretenden Fäden dadurch vorgebeugt werden soll, daß die Flüssigkeit eine Drehung in derselben Richtung wie die Preßköpfe empfängt und in derselben Richtung abfließt, in welcher der gedrehte Faden abgezogen wird.

931. R. W. Strehlenert, Stockholm. Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide.

D.R.P. 101 844 Kl. 76 vom 10. XII. 1897 (gelöscht), Zus. z. D.R.P. 96 208; brit. P. 58¹⁸⁹⁹; schweiz P. 17 950.

Bei der praktischen Ausführung der durch Patent 96 208 (s. vorstehend) geschützten Erfindung hat es sich herausgestellt, daß sich Änderungen und Vereinfachungen der Vorrichtung denken lassen, um unter Beibehaltung des gegebenen Zweckes ein kontinuierliches Spinnen durch unmittelbares Auffangen eines abgerissenen Fadens durch den benachbarten zu ermöglichen. Von der Einrichtung des Hauptpatentes ausgehend, bei welcher die zubereitete Seidenlösung durch sich drehende Mundstücke ausgepreßt wird, welchen Mundstücken oder Gruppen von Mundstücken eine Bewegung in geschlossener Bahn mitgeteilt wird, gelangt man durch eine kleine Abänderung zu der in Fig. 353 dargestellten vereinfachten Spinnmaschine. Hier wird an jeder Maschine nur ein Mundstück *A* verwendet, das mit mehreren Auspreßlöchern versehen ist. Da jedes dieser Löcher einem Mundstück mit nur einem Auspreßloch entspricht, und da

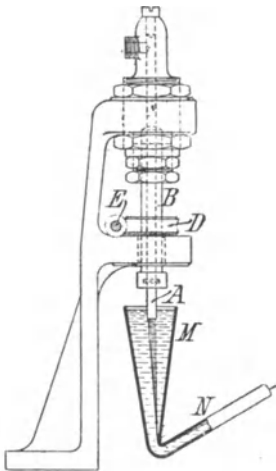


Fig. 353.

diese Löcher nicht in der Drehachse des Mundstücks liegen, so werden die Löcher bei der Umdrehung des Mundstücks um sich selbst sich in einer geschlossenen Bahn bewegen, und die aus-

gepreßten Fäden werden umeinander gedreht. Das Mundstück *A* ist deshalb wie nach dem Hauptpatent mit einem Zylinder oder einem Rohr *B* vereinigt, das mit der Druckleitung der zubereiteten Lösung in Verbindung steht. Dieser Zylinder wird mittels eines Schraubentriebes *DE* oder auf andere geeignete Weise um seine Achse gedreht. Die aus den Löchern herausgepreßten Strahlen, die nach dem Koagulieren Fäden bilden, werden an einer Rolle oder in einem Knierohr auf einen Punkt zusammengeführt, und das Herauspressen erfolgt am besten unter der Oberfläche einer Flüssigkeit, z. B. von Wasser. Dieses Wasser nimmt das Lösemittel der Seide auf und ist deshalb dadurch zu erneuern, daß man frisches Wasser in den Trichter oder das Gefäß, in welches die Mundstücke hineinragen, einfließen und dann durch das Knierohr *N* des Trichters abfließen läßt. Die in dem Hauptpatent beschriebenen Zylinder mit Mundstücken lassen sich daher durch einen umlaufenden Zylinder mit mehreren mit Auspreßlöchern versehenen Mundstücken ersetzen, die sich nicht in einer geschlossenen Bahn bewegen.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide der durch Patent 96 208 geschützten Art, dadurch gekennzeichnet, daß das mit mehreren Austrittsöffnungen für die Seidenlösung versehene Preßmundstück nur eine rotierende Bewegung, nicht aber eine solche im Kreise herum erhält.

932. R. W. Strehlenert, Stockholm. Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide.

D.R.P. 102 573 Kl. 76 vom 10. XII. 1897 (gelöscht), zweiter Zus. z. D.R.P. 96 208; schweiz. P. 17 950.

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide nach dem durch Patent 96 208¹⁾ geschützten Verfahren, welches im wesentlichen dadurch gekennzeichnet ist, daß eine Anzahl von einzelnen aus Mundstücken ausgepreßten Fäden gegenseitig umeinander gewunden wird. Dies geschieht nach vorliegender Erfindung dadurch, daß die Seidenlösung durch stillstehende Mundstücke oder ein stillstehendes Mundstück in eine in Drehung versetzte Flüssigkeit ausgepreßt wird.

Im Hauptpatent ist unter Anspruch 3²⁾ eine Vorrichtung zur Ausführung des im Anspruch 1 desselben Patentes angegebenen Verfahrens angegeben, bei welcher einem Schleudern der aus den Mundstücken in ein mit Flüssigkeit gefülltes Gefäß eintretenden Fäden dadurch vorgebeugt wird, daß die Flüssigkeit eine Drehung in derselben Richtung wie die Preßköpfe erhält. Bei der vorliegenden Ausführung der Vorrichtung ist dieser Zweck in einem höheren Grade dadurch erzielt, daß der oder die Preßköpfe stillstehen, während die Flüssigkeit sich allein dreht. Hierdurch wird erzielt, daß ein gebrochener Faden durch die sich drehende Flüssigkeit selbsttätig wieder mit den anderen Fäden vereinigt wird, ohne daß ein Zusammenfügen von Hand erforderlich wäre.

1) Siehe S. 749. — 2) Siehe S. 752.

Eine solche Vorrichtung ist als Beispiel in Fig. 354 dargestellt. An den stillstehenden Preßzylinder *B* schließt sich das feststehende Mundstück *A* an, welches mit mehreren Ausflußöffnungen versehen ist, aus welchen die Seidenlösung ausgepreßt wird. Unterhalb des Mundstücks *A*

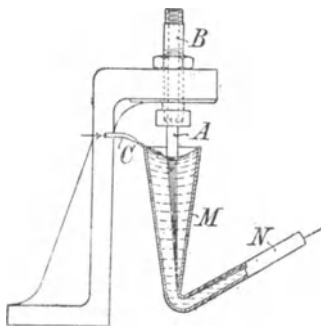


Fig. 354.

ist der sich nach oben erweiternde Behälter *M* angeordnet zur Aufnahme der Flüssigkeit, in welche die Fäden hineingepreßt werden sollen. An das untere Ende dieses Behälters schließt sich das Abzugsrohr *N* an, aus welchem der aus mehreren einzelnen Fäden zusammengedrehte Faden abgezogen wird. Die in dem Behälter *M* enthaltene Flüssigkeit wird dadurch in Umdrehung versetzt, daß das Zuflußrohr *C* schräg angeordnet ist. Die hierdurch hervorgerufene Umdrehung der Flüssigkeit genügt, um ein abgerissenes und im Auspressen begriffenes Faden-

ende um und an die nicht abgerissenen, sich weiter bewegenden Fäden zu legen, so daß der zusammengedrehte Faden durch das Rohr *N* abgezogen und zu einer Spule geleitet werden kann, um auf diese aufgewunden zu werden.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Spinnen künstlicher Seide nach dem durch Patent 96 208 geschützten Verfahren, bei welcher ein Wiederezusammenfügen eines gebrochenen Fadens von Hand dadurch unentbehrlich gemacht wird, daß die Seidenlösung aus einem stillstehenden Mundstück mit mehreren Austrittsöffnungen oder mehreren stillstehenden Mundstücken in eine in Drehung versetzte Flüssigkeit ausgepreßt wird.

933. R. W. Strehlenert, Djursholm (Schweden). Vorrichtung zum Auffangen von Textilfasern beim Spinnen von künstlicher Seide.

D.R.P. 143 763 Kl. 29b vom 10. IV. 1902 (gelöscht): brit. P. 28 364¹⁹⁰²; Ver. St. Amer. P. 716 138.

Vorliegende Erfindung betrifft einen Apparat, mittels dessen die Arbeitsweise der in der Patentschrift 102 573 (s. vorstehend) beschriebenen Vorrichtung, bei welcher eine Drehung der Koagulierungsflüssigkeit in der wagerechten Ebene durch tangentielle Einführung des Wasserstrahles herbeigeführt wird, verbessert werden soll. Durch diese Drehung werden die einzelnen zu einem gemeinsamen Faden zusammenzudrehenden Fäden nach dem Zentrum der Drehungsebene hingedrängt, so daß ein gebrochener Faden sofort wieder mit einem der benachbarten Fäden in Berührung kommt und mit ihnen zusammengedreht und gemeinsam abgeführt wird. Außer dieser Drehung des Wassers im Koagulierungsgefäß findet auch eine Strömung des Wassers in der Richtung des Fadenabzugs statt; weil das behufs Drehung in wagerechter Ebene beständig zugeführte Wasser wieder abgelassen werden muß. Diese

Strömung ist nur gering und daher nicht geeignet, die Fäden, deren Abzug sie zwar erleichtert, nach unten zu ziehen. Wollte man einen solchen Abzug durch die Wasserströmung herbeiführen, so müßte eine starke Strömung unter Verwendung einer großen Wassermenge erzeugt werden. Ein solches Verfahren verbietet sich aber aus wirtschaftlichen Gründen, weil zur Wiedergewinnung des für die Spinnmasse benutzten Lösungsmittels die Destillation einer großen Wassermenge erforderlich würde. Wenn daher bei der bekannten Einrichtung alle zu einem gemeinsamen Faden zusammendrehenden Fäden brechen, so werden diese einzelnen Fäden zwar durch die erwähnte Drehung des Wassers in wagerechter Ebene nach wie vor miteinander in Berührung gebracht, aber ihr Abzug hört auf. Es ist dann nur möglich, nach Unterbrechung

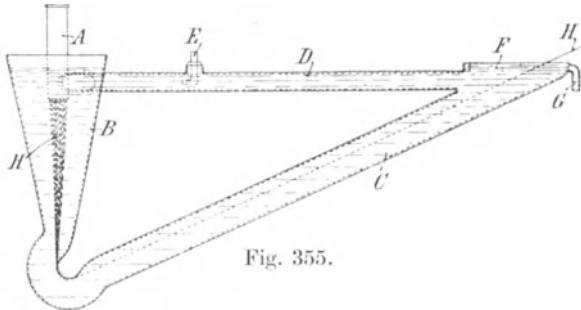


Fig. 355.



Fig. 356.

des Betriebes die gebrochenen Fäden mit der Hand aus dem Koagulierungsgefäß herauszuziehen, um sie mit dem Faden auf der Spule zu verbinden.

Um diesen zeitraubenden und betriebsstörenden Übelstand zu beseitigen, wird nun ein Apparat benutzt, mittels dessen ohne besonderen Aufwand von Wasser eine so starke Strömung erzeugt wird, daß diese befähigt ist, die gebrochenen Fäden in der Gangrichtung mitzuziehen. Zu dem Zweck ist der Apparat so eingerichtet, daß das Wasser sich im Kreislauf im Koagulierungsgefäß bewegen kann. Hierbei wird der Kreislauf durch die abziehenden Fäden selbst erzeugt, indem die Fäden die anliegenden Wasserschichten durch Reibung mitführen. Eine zur Durchführung dieses Verfahrens geeignete Vorrichtung ist auf den Fig. 355 und 356 in Seiten- und Oberansicht dargestellt. Die Preßdüse *A* ist in dem Spinntrichter *B* angeordnet, welcher zur Aufnahme der Koagulierungsflüssigkeit bestimmt ist, und welcher in die Auffangröhre *C* für die Spinnfäden *H* mündet. Das obere Ende dieser Röhre *C* und der Spinntrichter *B* stehen durch eine Röhre *D* miteinander in Verbindung. Das aus der Düse heraustretende Fadenbündel verursacht durch die

Adhäsion der Flüssigkeit an den Fäden in der Flüssigkeit eine Strömung, die infolge der Verbindung von *B* und *C* in der Flüssigkeit eine Zirkulation hervorbringt. Die Röhre *D*, welche die Koagulierungsflüssigkeit in den Trichter *B* bringen soll, wird am besten tangential zur Peripherie des Trichters *B* angeordnet. Die Koagulierungsflüssigkeit wird in die Röhre *D* durch eine Knieröhre *E* geleitet, die in der Röhre *D* angebracht ist und in der Richtung nach dem Trichter *B* hin mündet. Durch diese Anordnung wird der Vorteil erreicht, daß in dem Trichter *B* die Flüssigkeitsströmung sowohl größer als auch schneller wird, da der durch die Röhre *E* herausströmende Flüssigkeitsstrahl aus dem oberen oder erweiterten Teile der Röhre *C* Flüssigkeit durch *D* mit sich reißt, also gleichsam wie ein Injektor wirkt. Man braucht nach dieser Anordnung keine größere Menge neuer Flüssigkeit zuzuführen, als für das Koagulieren der Fäden nötig ist. Trotzdem ist aber die Nutzleistung der zum Auffangen der gerissenen Fäden bestimmten Flüssigkeitsmenge so kräftig, daß dadurch auch ganze Fadenbündel aufgefangen und von dem senkrechten Kreislauf selbsttätig durch die Maschine geführt werden, sofern die letztere in Betrieb gesetzt wird, oder falls Unterbrechungen des Betriebes infolge Brechens aller Fäden vorkommen sollten. Um zu verhindern, daß das Fadenbündel *H* mit dem Flüssigkeitsstrom durch die Röhre *D* zurückfließt, ist die Mündung bei *F* verdeckt, z. B. durch ein feines Drahtgewebe od. dgl. Die überflüssige Koagulierungsflüssigkeit fließt durch Abfluß *G* ab.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Auffangen von in ein Koagulierungsgefäß ausgepreßten Textilfasern beim Spinnen von künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen dem Spinntrichter und der Auffangröhre eine Rückleitung für die Flüssigkeit angeordnet ist zum Zweck, die an den Spinnfäden adhärierende Flüssigkeit mittels der Rückleitung in Umlauf zu versetzen und dadurch ein Mitnehmen der Spinnfäden zu bewirken.

2. Ausführungsform der Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Zuflußrohr für die Koagulierungsflüssigkeit derartig in die Rückleitung einmündet, daß erstere nach dem Spinntrichter hingeleitet wird, zum Zweck, den Umlauf der Flüssigkeit einzuleiten oder zu beschleunigen.

3. Ausführungsform der Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Rückleitung tangential zur Peripherie des Spinntrichters in diesen einmündet, um außer dem Umlauf der Koagulierungsflüssigkeit auch eine Rotation derselben hervorzurufen.

934. R. W. Strehlenert, Berlin. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 148 038 Kl. 29b vom 9. IV. 1903 (gelöscht).

Bei den bekannten Vorrichtungen zur Herstellung von künstlicher Seide mit sich drehenden Preßmundstücken macht sich der Übelstand bemerkbar, daß ein Teil des Dichtungsmaterials, das notwendigerweise in der Stopfbüchse zwischen dem sich drehenden Preßzylinder und dem festen seitlichen Zuführungsrohr der Seidenlösung vorgesehen werden

muß, sich ablöst und, von der Seidenlösung nach unten mitgenommen, oft eine Verstopfung der Austrittslöcher des Mundstückes veranlaßt. Dieser Übelstand wird nach vorliegender Erfindung dadurch vermieden, daß das nach unten führende Preßrohr fest angeordnet und mit dem seitlichen Zuführungsrohr fest verbunden ist. Das sich drehende Mundstück ist hierbei mit einem das Preßrohr umgebenden Mantel fest verbunden, der den Drehantrieb erhält und oben in einer Stopfbüchse geführt ist. Bei einer derartigen Anordnung ist es unmöglich, daß das Dichtungsmaterial in das Mundstück gelangen kann, da die Seidenlösung auf dem Wege zum Mundstück nicht mehr an der Dichtungsstelle vorbeifließt. Der Teil der Seidenlösung, der von unten her durch das Mantelinnere an die Dichtungsstelle herantritt, befindet sich in Ruhe, so daß ein Mitführen von Dichtungsmaterial ausgeschlossen ist.

In Fig. 357 ist ein Ausführungsbeispiel der Einrichtung im Längenschnitt dargestellt. Das Preßrohr *a*, welches fest mit dem seitlichen Zuführungsrohr *b* für die Seidenlösung verbunden ist, wird von einem Mantel *c* derartig umgeben, daß ein gewisser Luftzwischenraum verbleibt. Der Mantel *c* trägt an seinem unteren Ende das Mundstück *d*, das durch eine abschraubbare Kappe *e* mit ihm fest verbunden ist. Er ist am Gestell *f* in Kugellagern *g* drehbar gelagert, trägt den Antriebswirtel *h* und ist oben in der mit den festen

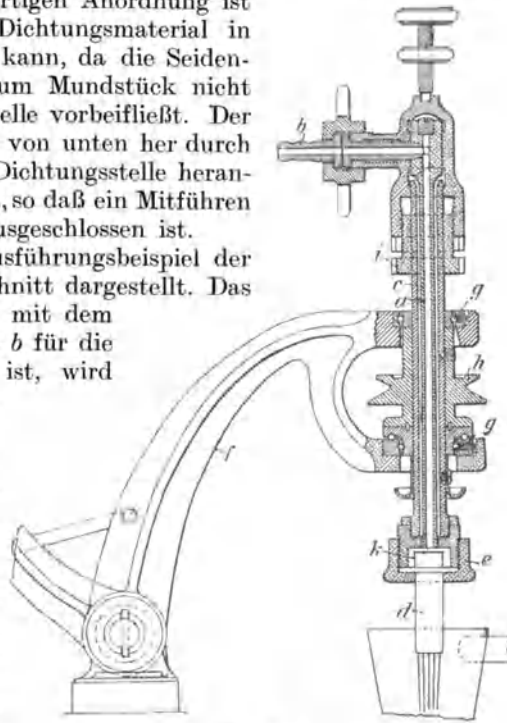


Fig. 357.

Teilen verbundenen Stopfbüchse *i* geführt. Die Seidenlösung tritt unter Druck durch Rohr *b* in das stillstehende Rohr *a* und wird von hier in die sich drehende Kappe *e* gedrückt. In dieser tritt sie durch ein zylindrisches Metallsieb *k* in dessen Inneres und von hier in das Mundstück *d*, von wo sie in üblicher Weise austritt. Infolge des Druckes steigt die Seidenlösung unten zwischen sich drehender Kappe *e* und festem Preßrohr *a* hindurch in den Luftzwischenraum zwischen Preßrohr *a* und Mantel *c* und hier empor. Am oberen Ende dieses Zwischenraumes, aber nur hier, kann die Seidenlösung mit dem Dichtungsmaterial der Stopfbüchse in Berührung treten. Dies ist jedoch, wie oben angegeben, unschädlich, da sich die Seidenlösung hier in Ruhe befindet und infolge des von unten wirkenden Druckes nicht wieder nach unten zum Mundstück gelangen kann.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide mit sich drehendem Preßmundstück, dadurch gekennzeichnet, daß die Zuführung der Seidenlösung mittels eines feststehenden Rohres (a) bewirkt wird, welches von einem sich drehenden, oben in einer Stopfbüchse geführten, das Preßmundstück tragenden Mantel umgeben ist.

Nach Thiele.

935. Dr. E. Thiele, Barmen. Verfahren und Vorrichtung zur Aufsammlung und Weiterverarbeitung von künstlicher Seide.

D.R.P. 133 427 Kl. 29a vom 22. III. 1901 (gelöscht).

Die bisher übliche Aufsammlung künstlicher Seide durch Aufwickeln auf eine in dem Abscheidungsbad oder außerhalb davon befindliche Walze hat verschiedene Nachteile. Die bei der Erstarrung sehr empfindliche Faser leidet durch das mechanische Aufwickeln stark, bei Stockungen im Ausfluß der Lösung aus den Spinnöffnungen reißt der Faden durch die Drehung der Walze sofort ab, endlich erschwert die Aufwicklung die gleichmäßige Einwirkung der verschiedenen Flüssigkeiten, mit denen die abgeschiedenen Fäden behandelt werden.

Diese Übelstände sollen durch den Erfindungsgegenstand beseitigt werden, dessen wesentliche Teile aus den nachfolgenden Patentansprüchen ersichtlich sind.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Aufsammlung von künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß man die Seidenfäden in einem mit Flüssigkeit gefüllten zylindrischen Gefäße (Spinntopf) herabsinken läßt, dessen Weite etwa dem Durchmesser der durch freiwillige Lagerung der Fäden entstehenden regelmäßigen Schraubenwindungen entspricht, wobei die Fäden unmittelbar im Spinntopf gesponnen oder nach dem Spinnen und nach Bedarf nach Abstreifen von einer die Fäden von den Spinnöffnungen abziehenden Walze aufgesammelt werden können.

2. Spinntopf zur Ausführung des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß dessen Boden kegelförmig erhöht ist, um die Ablagerung des Fadens in Schraubenwindungen zu erleichtern.

3. Spinntopf zur Ausführung des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß in dessen Achse ein spitzer Kern angeordnet ist, welcher entsprechend dem Höherwerden der Fadenschicht gehoben werden kann, zum Zwecke, eine Verwirrung der Fadenwindungen bei der Weiterverarbeitung der aufgesammelten Fäden zu vermeiden.

4. Spinntopf zur Ausführung des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß er durchbrochen ist, indem er z. B. aus einem System zylinderförmig angeordneter Stäbe besteht, zum Zwecke, bei Störungen in der Ablagerung der Fäden bequemer zu diesen gelangen zu können.

5. Spinntopf zur Ausführung des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß er mit Siebböden und Zu- und Abflußrohren versehen ist, zum Zwecke, die aufgesammelten Fäden im Spinntopf selbst weiterbehandeln zu können.

6. Spinntopf zur Ausführung des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß er zwecks Zwirnsens der aus mehreren Öffnungen heraustretenden Fäden während ihrer Ablagerung gedreht wird.

7. Einrichtung zur Ausführung des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinnöffnung entsprechend dem Anwachsen der Fadenschicht gehoben oder der Spinntopf gesenkt wird, um die Fallhöhe des sich ablagernden Fadens stets gleich zu erhalten.

8. Einrichtung zur Weiterbearbeitung der nach dem Verfahren Anspruch 1. aufgesammelten Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere Spinntöpfe um eine gemeinsame Drehachse angeordnet sind, zum Zwecke, durch Drehung der Spinntöpfe um diese Drehachse und Zusammenführen der aus den Töpfen heraustretenden Fäden ein Verzwirnen der letzteren zu erzielen. (2 Zeichnungen.)

936. Dr. E. Thiele, Barmen-Rittershausen. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 148 889 Kl. 29b vom 25. XII. 1902 (gelöscht); brit. P. 16 588¹⁹⁰³; österr. P. 18 082; franz. P. 334 507; schweiz. P. 29 680; Ver. St. Amer. P. 750 502.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Erzeugung künstlicher Seidenfäden in einer freihängenden Flüssigkeitssäule, d. h. einer Flüssigkeitssäule, welche in einem unten in eine enge Öffnung endigenden Gefäß nur durch den Luftdruck getragen wird. Durch diese Neuerung wird zunächst erreicht, daß das Fällungsbad unter einem je nach der Höhe der Flüssigkeitssäule und der Durchflußgeschwindigkeit der Fällflüssigkeit beliebig veränderlichen verminderten Druck steht, welcher den Austritt des Fadens aus der Spinnöffnung wesentlich erleichtert. Ferner gestattet das neue Verfahren, den in der Badflüssigkeit herabsinkenden Faden aus ihr zu entfernen, ohne daß, wie bei den üblichen unten geschlossenen Spinngefäßen, die Fadenrichtung umgekehrt werden muß. Eine derartige Umkehrung der Fadenrichtung durch Leitwalzen, Knieröhre u. dgl. bedingt außerdem stets Fadenbrüche und verhindert die Wiedervereinigung abgerissener, herabsinkender Faserenden mit dem wieder aufwärts geführten Hauptfaserbündel. Auch diese Mängel sind durch das neue Verfahren beseitigt, da das Faserbündel nach Durchlaufen der hängenden Flüssigkeitssäule sich sofort ohne Richtungsänderung außerhalb des Bades befindet und infolge dieser sofortigen Zugänglichkeit bequem weiterbehandelt, insbesondere aufgewickelt werden kann.

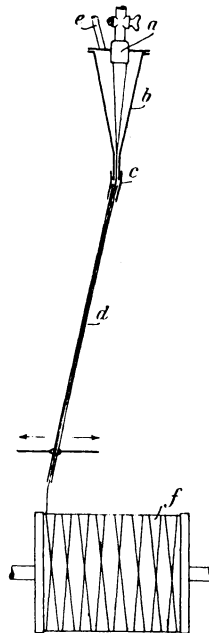


Fig. 358.

Fig. 358 stellt eine Vorrichtung zur beispielsweise Ausführung des Verfahrens dar. Die Spinnflüssigkeit tritt durch die Brause *a* in Faden-

form aus. Das gebildete Faserbündel durchläuft den oben geschlossenen, unten offenen Trichter *b* mit dem durch Schlauchverbindung gelenkig angesetzten Trichterrohr *d* und wird hierbei durch das darin enthaltene Fällbad zum Erstarren gebracht. Zur steten Erneuerung des Fällbades und zur besseren Führung des Faserbündels läßt man durch das Zuleitungsrohr *e* langsam frisches Fällbad zufließen, welches durch die untere Öffnung des Trichterrohres *d* wieder abfließt. Bei der Aufwicklung des erzeugten Faserbündels auf die sich drehende Trommel *f* ermöglicht das gelenkig mit dem Spinntrichter verbundene Trichterrohr *d* das langsame Hin- und Herführen des Fadens über die Trommel, also seine gleichmäßige Verteilung auf dieser.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß die Fadenbildung in einer freihängenden Flüssigkeitssäule bewirkt wird.

2. Vorrichtung zur Ausführung des unter 1. beanspruchten Verfahrens, bestehend aus einem oben luftdicht geschlossenen Trichter (*b*), in dessen oberen Teil die Spinnbrause (*a*) und das Zuflußrohr (*e*) für die Fällflüssigkeiten eintreten, und einem mit dem Trichter (*b*) evtl. gelenkig verbundenen Rohr (*d*).

937. Dr. E. Thiele, Brüssel. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 178 942 Kl. 29b vom 27. X. 1905 (gelöscht), Zus. z. P. 148 889; österr. P. 31 778; franz P. 367 980; brit. P. 16 078¹⁹⁰⁶; schweiz. P. 35 436; Ver. St. Amer. P. 838 758.

Um bei der Kunstseideerzeugung nach dem Hauptpatent (s. vorstehend) einen stets gleichmäßigen, jedoch ohne Unterbrechung oder Störung des Spinnbetriebes auch abänderbaren Unterdruck in dem von der Fällflüssigkeit durchflossenen barometerartigen Spinngefäß zu erzielen, läßt man nach vorliegender Erfindung die Fällflüssigkeit durch einen tiefer stehenden, offenen Hilfsbehälter fließen, dessen Flüssigkeitsspiegel in bekannter Weise, z. B. durch ein Überfallrohr, konstant erhalten werden kann. Durch die tiefe Anordnung des Hilfsbehälters wird erreicht, daß der Unterdruck im Spinngefäß trotz Anwendung eines offenen, mit der freien Atmosphäre in Verbindung stehenden Hilfsbehälters erhalten bleibt, weil die Flüssigkeitssäule im Spinngefäß nicht, wie bei einem höher stehenden Behälter, den Druck der in letzterem stehenden Fällflüssigkeit empfängt, sondern im Gegenteil die Fällflüssigkeit aus dem tieferen Hilfsbehälter emporsaugen muß. Durch Heben oder Senken des Hilfsbehälters oder des die Flüssigkeitshöhe regelnden Überfallrohres kann man den Unterdruck im Spinngefäß ohne Schwierigkeit während des Betriebes verändern. Senkt man die Flüssigkeitsoberfläche im Hilfsbehälter unter diejenige im Spinngefäßuntersatz, so erhält man eine Verringerung des Unterdrucks unter gleichzeitiger Umkehrung der Richtung des Flüssigkeitsstromes; denn die neue Vorrichtung stellt ein aufrecht stehendes mit der Fällflüssigkeit gefülltes Heberrohr dar, in dessen einem Schenkel am Knieende die Fadenbildung erfolgt, und dessen offene Schenkelenden in die Fällflüssigkeit eintauchen.

Je nachdem man also den Flüssigkeitsspiegel am einen oder am anderen Ende des Knierohres höher hebt, kann man den Flüssigkeitsstrom in entgegengesetzten Richtungen durchfließen lassen.

Fig. 359 stellt beispielsweise eine Ausführungsform der Vorrichtung schematisch dar. Die Spinnlösung tritt durch Spinnbrause *a* in Fadenform in das Spinngefäß *b* ein. Der Faden durchläuft dieses Gefäß und wird hierauf auf die Walze *c* aufgewickelt. Die Fällflüssigkeit fließt vom Sammelbehälter *d* in den offenen Hilfsbehälter *e*, dessen Flüssigkeitsspiegel durch das Überfallrohr *f* konstant erhalten wird, und tritt durch Rohr *g* in das oben geschlossene Spinngefäß ein, um dieses zu durchlaufen und schließlich aus dem Untersatz *h* abzufließen. Bei der dargestellten Ausführung ist der Spiegel im Hilfsbehälter etwas höher als derjenige im Untersatz *h*, so daß die Fällflüssigkeit in der beschriebenen Richtung fließt.

Senkt man dagegen den Flüssigkeitsspiegel in *e* durch Tieferstellen des Überfallrohres *f* oder des ganzen Behälters, so wird der Flüssigkeitslauf umgekehrt.

Man muß dann die Fällflüssigkeit aus dem Sammelbehälter *d* unmittelbar in den Untersatz *h* abfließen lassen.

Patentanspruch: Ausführungsform der Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide nach Patent 148 889, dadurch gekennzeichnet, daß das Spinngefäß (*b*) heberartig mit einem tiefer stehenden Hilfsbehälter (*e*) in der Weise verbunden ist, daß die Fällflüssigkeit aus dem Hilfsbehälter in das Spinngefäß oder umgekehrt gesaugt wird, je nachdem der Flüssigkeitsspiegel im Hilfsbehälter höher oder tiefer als im Spinngefäßuntersatz (*h*) liegt.

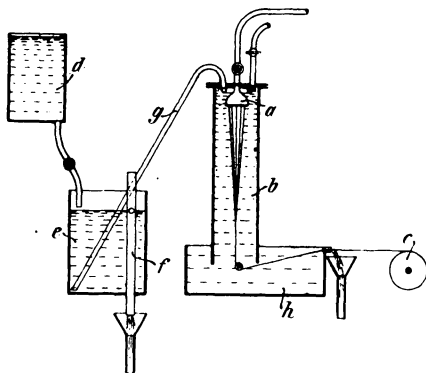


Fig. 359.

Nach Cochius.

938. F. Cochius, Düren, Rhld. Apparat zur Herstellung von Kunstfäden.

D.R.P. 163 293 Kl. 29b vom 15. IV. 1902 (gelöscht); franz. P. 331 404; brit. P. 9017¹⁹⁰³; österr. P. 24 957; schweiz. P. 34 222.

Bei den bis jetzt gebräuchlichen Vorrichtungen zur Herstellung von künstlichen Fäden läßt man die Lösung, aus der die Fäden gewonnen werden, von unten oder von oben in die Koagulationsflüssigkeit durch feine Preßmundstücke (Düsen) eintreten. Bei dem Eintritt der Lösung von unten besteht der Nachteil, daß der noch halbflüssige Faden nur einen kurzen Weg durch die Koagulationsflüssigkeit zurücklegt, weil die senkrecht stehende Röhre (Behälter) zur Verhütung einer ungewohnten Bedienung (Fadenabziehen von der Düsenöffnung) nicht über-

mäßig lang sein darf. Bei dem Eintritt der Lösung von oben werden winklig gebogene Trichterröhren (Behälter) benutzt, bei denen der halbflüssige Faden nach kurzer Strecke an der Biegung des Rohres in einem Winkel nach oben gezogen werden muß. Infolge der hierbei stattfindenden Reibung an der Rohrwandung verliert aber der Faden seine runde Form, da er sich noch im weichen Zustande befindet.

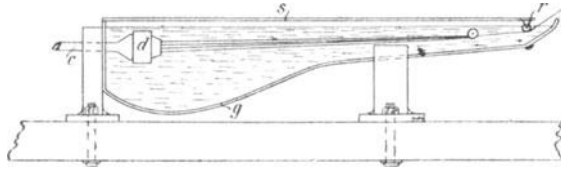


Fig. 360.

Diese Übelstände werden bei dem vorliegenden Apparat dadurch vermieden, daß die Düsen von der Seite, und zwar von der Stirnseite eines wagerecht liegenden Behälters (Trog) so eingeführt werden, daß die heraustretenden Fäden die ganze Länge des mit Koagulationsflüssigkeit gefüllten Behälters durchwandern müssen, ehe sie sich an einer Rolle zu einem Fadenstrang vereinigen und von dort weitergeführt werden. Auf diesem Wege von den Düsen bis zur Führungsrolle erstarren die Fäden hinreichend, und die sich etwa abzweigenden Fädchen werden bei ihrer in dem nach dem Austrittsende sich verjüngenden Troge stattfindenden Vorwärtsbewegung durch die Koagulationsflüssigkeit hindurch wieder zu einem Fadenstrang vereinigt, bevor sie die Koagulationsflüssigkeit verlassen. Die neue Vorrichtung vereinigt also in

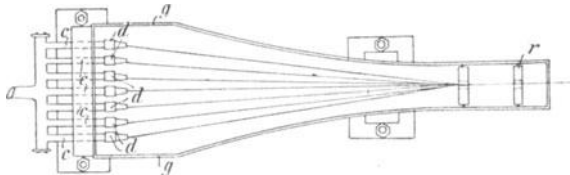


Fig. 361.

einfacher und bequemer Weise die wagerechte, ohne Knickung vor sich gehende Bewegung der Fäden mit der innerhalb der Koagulationsflüssigkeit erfolgenden Fadenstrangbildung.

Fig. 360 stellt einen senkrechten Längsschnitt und Fig. 361 die obere Ansicht des Apparates bei Verwendung von mehreren einfachen Düsen dar. Die auf bekannte Weise hergestellte und filtrierte Lösung wird durch das Rohrstück *c*, das durch die Stirnwand des Behälters *g* geführt ist, nach den Düsen *d* gepreßt, aus welchen die in die Koagulationsflüssigkeit tretenden Fäden mit Hilfe eines gebogenen Drahtes, Bleches oder von Hand zu einer am entgegengesetzten Ende des Behälters befindlichen Rolle *r* geführt werden, wo die Fäden sich zu einem einzigen Fadenstrang vereinigen. Von hier wird dieser Strang auf Rollen, Bobinen, Spulen und Haspel usw. in bekannter Weise aufgewickelt oder verarbeitet.

Um ein Verdunsten der in die Koagulationsflüssigkeit hineingedrückten Lösungsmittel, z. B. Äther-Alkohol bei Nitrozelluloselösung, soweit wie möglich zu verhindern, ist der Behälter *g* auf seiner oberen Seite zweckmäßig mit einem aufklapp- oder abnehmbaren, durchsichtigen Glasdeckel *s* versehen. An dem äußersten Ende des Deckels, wo der Faden aus der Flüssigkeit heraustritt, ist eine Rolle *r*, die praktisch mit einer kleinen Einschnürung versehen ist, angeordnet, um den durchgehenden Faden besser führen zu können. Ebenso läßt sich auch noch vor dieser Rolle im Troge *g* selbst eine Fadenführung anbringen.

Patentanspruch: Apparat zur Herstellung von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß die Preßmundstücke (Düsen) (*d*) in einen länglichen, wagrecht liegenden, nach dem Austrittsende sich verjüngenden Behälter (Trog) (*g*) an der einen Stirnseite eingeführt sind, so daß die heraustretenden Fäden durch die in dem Behälter befindliche Koagulationsflüssigkeit ohne Knickung hindurchstreichen und hierbei genügend erstarren und die sich etwa abtrennenden Fädchen unter der Einwirkung der Vorwärtsbewegung noch vor dem Heraustreten aus der Koagulationsflüssigkeit wieder zu einem Fadenstrang vereinigt werden.

Die brit. und die franz. Patentschrift beschreiben noch Vorrichtungen, um beim Zuführen der Spinn- und Koagulationsflüssigkeiten den Abfluß der Koagulationsflüssigkeit abzusperren und umgekehrt den Zufluß der Spinn- und Koagulationsflüssigkeiten abzuschließen, wenn eine teilweise Entleerung des Fälltroges (zur Reinigung oder Erneuerung der Spinnndüsen) nötig ist.

Nach Société générale de la soie artificielle Linkmeyer.

939. La Société générale de la soie artificielle Linkmeyer, Société anonyme, Brüssel. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 168 830 Kl. 29a vom 21. VI. 1904 (gelöscht); österr. P. 28 581.

Den Gegenstand vorliegender Erfindung bildet eine Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide mittels solcher Verfahren, bei denen der Faden während des Austretens aus der Düse mit gasförmigen oder flüssigen Fällungsmitteln behandelt wird. Es wird durch diese Vorrichtung der Zweck angestrebt, daß das Fällungsmittel den Faden in möglichst dünner Schicht rings umgibt und ihn vermöge seiner Strömung in glattem und gespanntem Zustande nach bestimmten Punkten, z. B. einer Fördertrommel od. dgl., hinführt. Hierdurch wird nicht nur der Verbrauch an Fällungsmitteln verringert, sondern auch das sehr unangenehme Durcheinanderwirbeln der von verschiedenen nebeneinanderliegenden Spinnndüsen gelieferten Fäden verhütet.

In Fig. 362 ist eine beispielsweise Ausführungsform der Erfindung in senkrechtem Schnitt dargestellt. Aus der Spinnndüse *a*, deren unteres Ende schlank kegelförmig ist, wird der Faden *b* z. B. durch Preßluft

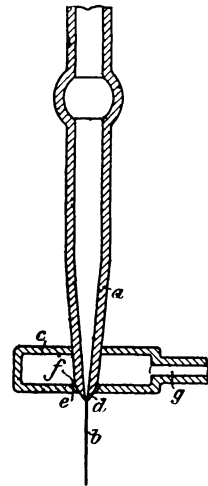


Fig. 362.

ausgepreßt. Das untere Ende der Düse *a* ist von einem Behälter *c* umgeben, in dessen oberen Boden sie mit Abdichtung eingesetzt ist. Das untere Ende der Düse *a* ist stärker kegelförmig als der obere Teil, und seine Seitenkante *d* bildet mit der parallelen Seitenkante *e* einer im unteren Boden des Behälters angeordneten Bohrung eine symmetrische Ringdüse *f*. Dem Behälter *c* wird durch das Rohr *g* ein flüssiges oder gasförmiges Fällungsmittel unter Druck zugeführt, das durch die Düse *f* ausströmt, so daß der Strom des Fällungsmittels den Faden *b* rings umgibt und je nach der Stellung der Düse an seinen Bestimmungsort trägt.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß eine gegen den oberen Boden eines Behälters abgedichtete Düse mit einer Bohrung im unteren Boden derselben eine kegelförmige Ringdüse bildet, so daß das aus dieser letzteren unter Druck ausströmende Fällungsmittel den Spinnfaden in röhrenförmigem Strahle umhüllt, trägt und dabei seine Erstarrung in an sich bekannter Weise herbeiführt.

Nach Hömberg.

940. R. Hömberg, Charlottenburg. Verfahren zur Erzeugung eines besonderen Glanzes auf künstlichen Fäden.

Belg. P. 168 556 vom 17. II. 1903.

Bekanntlich nimmt Baumwollstückware, wenn sie einen Kalandr durchläuft, dessen Walzen fein geriffelt sind, seidenähnlichen Glanz an, und das äußere Ansehen der Ware ändert sich. Dies führte zu der Vermutung, daß sich auch bei Fäden oder Fasergut eine Änderung im äußeren Ansehen vollziehen würde, wenn man der Oberfläche der Fäden eine von der Zylindermantelfläche wesentlich abweichende Gestalt erteilt, was eine eigenartige Reflektierung des Lichtes und damit auch einen besonderen Glanz der Fäden zur Folge haben sollte. Dieser besondere Glanz der Fäden würde besonders dann zur Geltung kommen, wenn die präparierten Fäden oder das präparierte Fasergut zu Geweben verarbeitet worden sind. Diese Annahmen haben sich vollkommen bestätigt.

Bei der vorliegenden Erfindung kommen besonders die künstlichen Fäden in Betracht, und der Zweck der Erfindung ist, künstliche Fäden, z. B. Kunstseide, kantig, gewellt oder auch mehr oder weniger bandförmig zu gestalten, wodurch dem Material ein besonderer Glanz erteilt wird. Es ist bekannt, daß man künstliche Fäden erzeugen kann, indem man die sog. Spinnmasse durch feine Kapillaren treibt und den austretenden, durch besondere Mittel und Vorrichtungen erstarrenden Faden dann aufhaspelt. Diese Kapillaren, die von Glas gearbeitet sind, haben nun bis jetzt einen runden Querschnitt. Im Gegensatz hierzu sind nun Kapillaren hergestellt worden, deren Öffnungen nicht kreisrund, sondern schlitzförmig, kantig oder gewellt sind. Dadurch vollzieht sich nun eine Änderung des Aussehens des gesponnenen Fadens, indem die Fäden selbst eine andere Form oder einen anderen Querschnitt annehmen,

was ihnen einen besonderen Glanz verleiht, der sie von den Fäden unterscheidet, die aus Kapillaren mit runden Öffnungen gesponnen sind. Die genannten Kapillaren herzustellen, bietet keine Schwierigkeit. Es werden feine Metalldrähte mit kantigem, wellenförmigem, flachem usw. Querschnitt in Glas eingebettet und eingeschmolzen, worauf man das Metall durch Säure herauslöst. Man erhält so die gewünschten Kapillaren mit eigenartigem Querschnitt, welche beim Spinnen Fäden von eigentümlicher Form erzielen lassen, die sich durch einen besonderen Glanz auszeichnen. Man kann auch künstliche Fäden von der angeführten Form herstellen, indem man den aus Kapillaren mit runden oder auch nicht runden Öffnungen austretenden Faden vor dem Erstarren gegen eine Fläche laufen oder reiben läßt, die u. U. noch feine Vertiefungen oder Erhöhungen aufweist. Auch hierdurch ist es möglich, den Fäden die charakteristische Gestalt zu geben, die ihnen einen eigenartigen Glanz verleiht.

Nach Ryon und Waite.

941. E. H. Ryon, Waltham, und Ch. N. Waite, Lansdowne. Apparat zur Herstellung künstlicher Seidenfäden.

Ver. St. Amer. P. 732 784.

Die bekannten Spinnvorrichtungen, welche z. B. durch mit Gewichten belastete Kolben, Preßluft od. dgl. Zelluloselösungen aus Öffnungen herauspressen, arbeiten nicht ganz gleichmäßig, weil sie bei höherer Temperatur, wenn die Viskosität der Lösung geringer ist, mehr Lösung austreten lassen als bei niedriger Temperatur. Dadurch entstehen leicht ungleichmäßige Fäden. Nach vorliegender Erfindung soll dieser Übelstand dadurch behoben werden, daß dem Preßorgan eine ganz gleichmäßige Bewegung erteilt wird, so daß eine gegebene Menge Zelluloselösung in bestimmter Zeit aus den Spinnöffnungen ausgepreßt wird. Zu diesem Zweck wird entweder in einem feststehenden Zylinder ein beweglicher Kolben während der Spindauer gleichmäßig verschoben oder gegen einen feststehenden Kolben wird ein die Zelluloselösung enthaltender Zylinder gleichmäßig bewegt. Die Lösung tritt durch ein den Kolben durchsetzendes Rohr aus. (4 Zeichnungen.)

Nach Cooley.

942. J. Fr. Cooley, Boston, Grafschaft Suffolk (Massachusetts). Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung seidenartig glänzender Gespinnstfasern.

Österr. P. 14 566 Kl. 29 b; Ver. St. Amer. P. 745 276; brit. P. 6385¹⁹⁰⁰.

Die Erfindung beruht auf der Entdeckung einer eigentümlichen Einwirkung eines konvektiven elektrischen Entladungsstromes auf Flüssigkeiten, welche feste Körper gelöst enthalten. Wenn nämlich Lösungen in dünnen Strahlen oder Tropfen durch ein solches Feld geführt werden, so werden durch dessen Wirkung die Bestandteile voneinander getrennt. Im allgemeinen verdampft dabei der flüssige Bestandteil, während der feste in Form von Fasern oder Körnern niederfällt. Dieses Verfahren

wird nach vorliegender Erfindung auf die Herstellung seidenartig glänzender Gespinnstfasern angewendet, indem man klebrige Lösungen der Einwirkung konvektiver Entladungsströme aussetzt. Hierbei kann als Ausgangsstoff u. a. Kollodium dienen.

Fig. 363 stellt teils in Ansicht, teils im Schnitt eine Form eines Apparates zur Ausführung des Verfahrens dar, Fig. 364 zeigt die Zuführungsvorrichtung in größerem Maßstabe im Schnitt.

Man wendet am besten eine Kollodiumlösung, wie sie für Heilzwecke verwendet wird, an, die auf die Hälfte ihres Volumens eingedampft ist. Hiermit werden ausgezeichnete Fasern erzielt, aber es hat sich heraus-

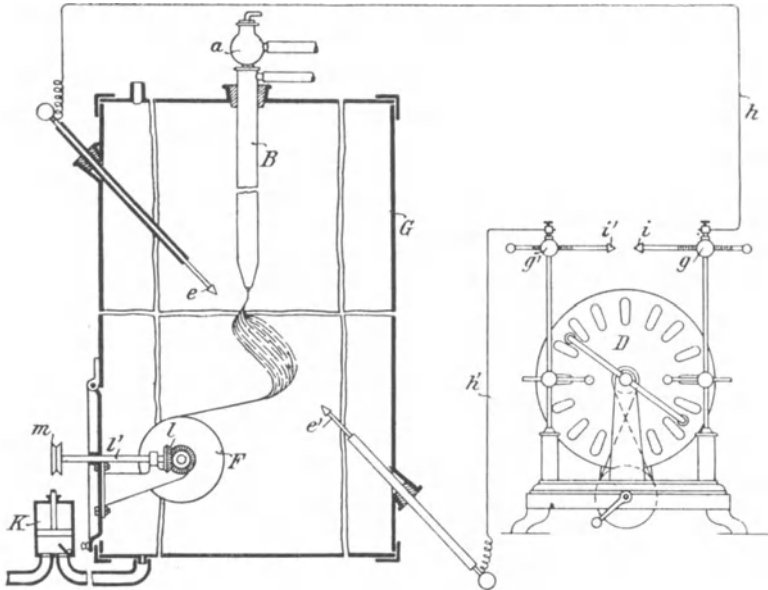


Fig. 363.

gestellt, daß die Faserbildung noch verbessert wird, wenn man zu der erwähnten eingedampften Lösung ungefähr 5 Volumprozent Benzol zuffügt und gut vermischt. Hierdurch scheint nämlich die Schnelligkeit der Trocknung und der Härtung in geringem Grade vermindert und so der Faser die Möglichkeit gegeben zu werden, unter der anziehenden und abstoßenden elektrischen Wirkung sich zu verdünnen und zu strecken und so eine Verminderung des Faserquerschnitts herbeizuführen.

A ist ein Rohr aus Glas oder anderem Stoff, welches an seiner Mündung in eine kleine Düse endigt, die zum Ausströmen der Flüssigkeit in freiem und dünnem Strom in das Feld der konvektiven Entladung dient. Das Rohr endigt oben in eine Erweiterung *a*, welche zusammen mit dem Einlaufrohr dazu dient, die Flüssigkeit dem Rohr *A* zuzuführen. Zur Regelung der Flüssigkeitsmenge kann die Verdickung *a* mit einem Kegelventil oder Stopfen *c* versehen und damit der Durchflußquerschnitt

verändert werden. Das Einlaßrohr *b* läßt die zu behandelnde Flüssigkeit unter genügendem Druck zufließen, um ihren Ausfluß an dem offenen Ende des Rohres *A* zu sichern, und zwar entweder in einem geringen Abstand von einer der Elektroden oder in einer mittleren Stellung zwischen beiden Elektroden oder in unmittelbarer Berührung mit einer der beiden Elektroden allein oder mit beiden zugleich. Um zu verhindern, daß sich feste Teile schon an der Mündung ausscheiden und diese verstopfen oder sonst das Verfahren behindern, ist das Rohr *A* von einem zweiten Rohr *B* umgeben, durch welches Äther geleitet wird, der den aus *A* austretenden Strom unmittelbar an der Mündung von *A* umhüllt und hierdurch bewirkt, daß die Oberfläche des unter dem Einflusse des konvektiven Entladungsstromes ausgeschiedenen Körpers weich bleibt. Die Mündung des Rohres *A* (und vorzugsweise auch die Mündung des einschließenden Rohres *B*) kann konisch sein, so daß durch Längsverschiebung des einen gegen das andere der Ringquerschnitt an der Mündung zwischen beiden Röhren eingestellt und geregelt werden kann. In den Raum zwischen den beiden Röhren wird Äther eingeführt. *D* stellt irgendeine geeignete Quelle für hochgespannte statische Elektrizität, z. B. eine Wimshurstsche oder Holtzsche Maschine dar, deren positiver Pol beispielsweise bei *g* und deren negativer bei *g'* liegt. Der Pol *g* ist durch einen Draht *h* mit der einstellbaren Elektrode *e* und der andere *g'* durch Draht *h'* mit der einstellbaren Elektrode *e'* verbunden, so daß durch Regeln des Zwischenraumes zwischen den freien Enden der Elektroden *e*, *e'* entsprechend eine Veränderung der Feldstärke zwischen ihnen erreicht werden kann. Um diese Regelung der Feldstärke noch wirksamer zu machen, können weitere Elektroden *i* und *i'* gegeneinander einstellbar angeordnet werden, durch welche das konvektive Feld zwischen den Elektroden *e*, *e'* in größerem oder geringerem Maße kurzgeschlossen werden kann. In der Nähe des Feldes, aber in vorliegendem Beispiel außerhalb davon ist eine Art Sammelvorrichtung zur Aufnahme der durch die konvektive Wirkung erzeugten Fasern aufgestellt. Die in der Zeichnung gewählte Sammelvorrichtung besteht aus einem Haspel *F*, der eine ständige Drehung, z. B. durch das Winkelgetriebe *l*, von der Welle *l'* und der Triebrolle *m* erhält.

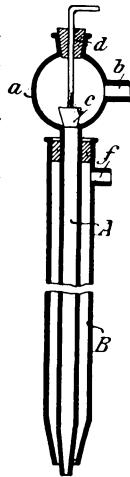


Fig. 364.

Die ganze Einrichtung wird am besten in einem Gehäuse *G* von passender Größe eingeschlossen. Im besonderen geschieht es auch, wenn die Wiedergewinnung der ausgetriebenen flüssigen, flüchtigen Produkte wünschenswert ist, z. B. bei dem Gebrauch von Kollodium zur Herstellung der Fasern. Dann werden die Dämpfe der Lösungsmittel aus dem Innern des Behälters abgesaugt, z. B. durch eine Pumpe *K*, wobei ein Teil der Luft oder des sonstigen, das Gehäuse füllenden Gases mitgeht. Die Lösungsmittel werden dann in beliebiger Weise kondensiert. Auch andere bei dem Verfahren etwa entstehende Dämpfe oder Dünste können so abgezogen werden und frische atmosphärische oder sonstige

Gase an deren Stelle gebracht werden. Wenn das Kollodium in einer Folge von kleinen Tropfen, in zerstäubtem Zustand, in einem dünnen Strom, in mehreren Strömen oder einer dünnen Schicht von der Mündung der Zuführungsvorrichtung ausgeht und die elektrische Maschine in Betrieb ist, so fällt die Flüssigkeit frei in das konvektive Feld zwischen den Polen e, e' , und die elektrische Wirkung verursacht, daß Fäden schnell entstehen und schnell trocknen und erhärten, weil ihr flüssiger, flüchtiger Bestandteil von ihnen abgetrennt und entfernt wird, und sie bilden Fasern, welche sich trennen, da sie sich gegenseitig abstoßen, und welche durch den Pol e' abgezogen werden. Aber bevor die Fasern den Pol e' berühren können, werden sie gefaßt und zu dem Haspel F geführt, auf welchem sie aufgewunden werden.

Nach Grahquist.

943. C. A. Granquist, Stockholm. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

D.R.P. 111 333 Kl. 76 vom 5. I. 1899 (gelöscht); österr. P. 5640 Kl. 76; brit. P. 23 729¹⁸⁹⁹.

Die gebräuchlichen Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Seide haben den Nachteil, daß die äußerst feinen Löcher, durch welche die zur Bildung der einzelnen Fädchen dienende halbflüssige Masse gepreßt

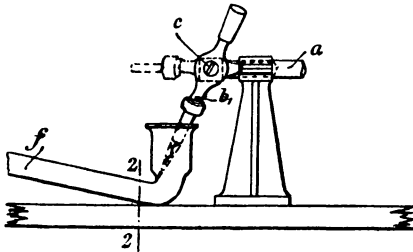


Fig. 365.

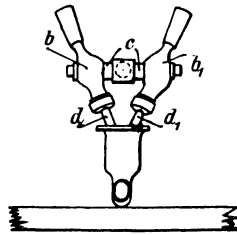


Fig. 366.

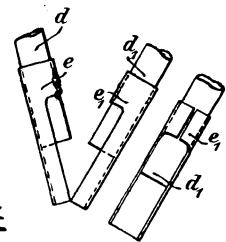


Fig. 367.

wird, sich leicht verstopfen, wodurch dann beim Zusammenzwirnen der einzelnen feinen Fädchen zu einem stärkeren Faden dieser eine ungleichmäßige Stärke erhält, weil er bald aus einer großen, bald aus einer geringen Anzahl einzelner Fädchen zusammengesetzt ist. Durch die vorliegende Erfindung soll nun ein Reinigen und leichtes Auswechseln der verstopften Mundstücksöffnungen ermöglicht werden, so daß die Masse immer durch eine gleiche Anzahl Löcher gepreßt und der so entstehende Faden gleichmäßig stark wird.

Fig. 365 zeigt die Seitenansicht einer Ausführungsform der Vorrichtung, Fig. 366 einen Schnitt nach 2-2 der Fig. 365 und Fig. 367 die Anordnung der Mundstücke, von zwei Seiten aus gesehen.

Als Stoff zur Herstellung künstlicher Seide wird eine der bekannten Lösungen verwendet. Die hergerichtete und filtrierte Lösung wird durch die Röhren a und c in die beiden Mundstückshalter bb_1 gepreßt, welche um das Rohr c drehbar derart angeordnet sind, daß sie gleichzeitig als

Absperrhähne für die Lösung dienen. An diesen Haltern bb_1 sind die mit einer oder mehreren äußerst feinen Öffnungen versehenen Mundstücke aus Glas dd_1 so befestigt, daß sie gegeneinander spitze Winkel bilden (Fig. 366) und unter der Oberfläche der Erstarrungsflüssigkeit ganz dicht aneinander ausmünden, so daß die einzelnen Fädchen bei dem Auspressen der halbflüssigen Masse zusammenkleben und beim Durchlaufen durch das mit geeigneter Flüssigkeit gefüllte Rohr f erstarren, wobei der Faden durch Ziehen die nötige Feinheit und den gewollten Glanz erhält. Die Mundstückshalter bb_1 sind an dem Zuleitungsrohr c drehbar befestigt und als Absperrhähne so eingerichtet, daß beim Aufwärtsdrehen der Halter die Zuleitung der Lösung abgesperrt wird und die verstopften Mundstücke der aufgedrehten Halter gereinigt oder durch neue ersetzt werden können. Die Mundstückshalter können auf dem Flüssigkeitszuleitungsrohr auch nicht drehbar angebracht sein. Fig. 367 zeigt im vergrößerten Maßstabe die Anordnung von halb ausgeschnittenen Röhren ee_1 , die auf die Mundstücke federnd aufgeschoben werden können und eine bessere Führung der Fäden bezwecken.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß die Mundstückshalter (bb_1) drehbar oder nicht drehbar auf dem Flüssigkeitszuleitungsrohr (c) angebracht sind und miteinander spitze Winkel bilden.

2. Vorrichtung der unter 1. bestimmten Art, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeitszuführung zu den Mundstückshaltern (bb_1) beim Aufwärtsdrehen derselben abgesperrt wird, um die Mundstücke (dd_1) bequem reinigen zu können.

3. Vorrichtung der unter 1. bestimmten Art, dadurch gekennzeichnet, daß die Mundstücke (dd_1) der Mundstückshalter zwecks guter Führung der Fäden mit verschiebbaren Verlängerungsstücken (ee_1) versehen sind.

Eine Vorrichtung desselben Erfinders zum Spinnen von Seidenfäden (D.R.P. 111 248 Kl. 76 vom 5. I. 1899 (gelöscht); brit. P. 23 729¹⁸⁹⁹) arbeitet in der Weise, daß die Fäden über eine zylindrische, sich drehende Rolle in schräger Richtung geleitet werden.

Nach Gocher Ölmühle.

944. Gocher Ölmühle, Gebr. van den Bosch, Goch, Rhld. Vorrichtung zur Herstellung von Fäden, Filmen und ähnlichen Gebilden aus Lösungen.

D.R.P. 186 203 Kl. 29a vom 13. VIII. 1905 (gelöscht).

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Gebilde, z. B. Fäden, Filme aus viskosen Lösungen, bei welcher in bekannter Weise jede einzelne Austrittsöffnung (Düse, Sammeldüse) ausgeschaltet oder ausgewechselt werden kann, ohne den Arbeitsgang der Vorrichtung zu stören oder die Vorrichtung ganz abzustellen. Das Neue liegt in dieser Einrichtung, sämtliche Spinndüsen mit einem Male abstellen zu können.

Die Vorrichtung besteht aus einem wagerechten Rohr d (Fig. 368), welchem die Lösung durch ein Rohr a zugeführt wird. Letzteres ist zweckmäßig mit einer aus feinmaschigem Drahtnetz bestehenden Filtervorrichtung, einem Schauglas, einem Absperrventil p und einem mit Ventil r versehenen Lufteinlaßrohr versehen. Das Rohr d besitzt so viele Öffnungen, als die Lösungen Austrittsöffnungen haben sollen, und ist mit einem oder zwei Überwurfsrohren e versehen, die den Öffnungen des Rohres d entsprechende Öffnungen von gleicher Anzahl besitzen, an welchen jedoch Austrittsrohre h angebracht sind. Die ineinander gelagerten oder aufeinander geschliffenen Rohre haben an beiden Enden einen gemeinschaftlichen Verschuß f , der indes so angeordnet ist, daß sich die Überwurfsrohre e mit den an ihren Austrittsöffnungen ange-

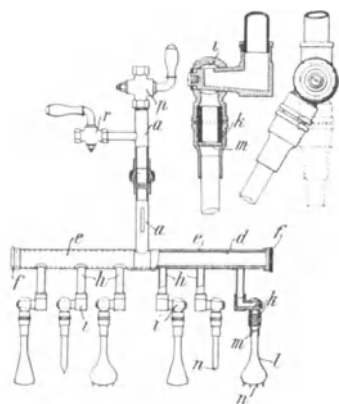


Fig. 368.

brachten Austrittsrohren h um das Rohr d drehen können. An den Rohren h ist je ein Gelenkhahn i angebracht, der in seiner Fortsetzung ein Gewinde k besitzt, in das ein Rohransatz (oder Düsenrohr) l aus Glas mit Metallfassung eingeschraubt ist, welches an seinem oberen Ende zweckmäßig noch mit einer Filtervorrichtung m und an seinem unteren Ende mit einer oder mehreren Öffnungen n von dem gewünschten Querschnitt ausgestattet ist.

Die Vorrichtung arbeitet folgendermaßen: Wenn die betreffende Lösung in dem Rohr d steht und die Öffnungen der Rohre d und e genau übereinander gebracht sind, so kann die Lösung ungehindert durch die Austrittsrohre h und die entsprechenden Ansätze l austreten. Dreht man indes die Überwurfsrohre e mit den daran befestigten Rohren h so weit, daß die Öffnungen des Rohres d von den Flächen der Überwurfsrohre e bedeckt werden, so ist die Lösung in dem Rohr d eingeschlossen und am Austritt gehindert. Durch diese einfache Drehung kann somit die ganze Vorrichtung zum Stillstand gebracht werden. Soll dieses nicht bewirkt werden, sondern nur ein Düsenrohr oder eine Öffnung außer Betrieb gesetzt werden, so wird der betreffende, an dem Gelenkhahn i befindliche Ansatz l hochgeschlagen, wodurch gleichzeitig ermöglicht ist, diesen abzuschrauben und zu reinigen oder, falls erforderlich, durch einen neuen zu ersetzen. Soll die ganze Vorrichtung außer Betrieb gesetzt werden, so schließt man den Hahn p und öffnet gleichzeitig den Hahn r , so daß Luft eintreten und die noch in den Rohren zurückbleibende Lösung durch die Öffnungen n ausfließen kann. Man läßt solange Luft eintreten, bis keine Lösung mehr austritt. Sodann werden die Ansätze l mittels der Gelenkhähne i nach oben geschlagen, so daß etwa noch in der Vorrichtung verbliebene Lösung nicht mehr zu den Auslaßöffnungen n gelangt, auch werden die Überwurfsrohre e mit den daran befestigten Rohren h nach oben gedreht. Die etwa zu-

rückbleibende Lösung kann nur bis zu dem eigentlichen Trägerrohr *d* gelangen, so daß man nicht nur die Glasrohre *l* abschrauben, sondern auch, wenn nötig, die Gelenkhähne *i* und die Rohre *h* reinigen kann.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung von Fäden, Filmen und ähnlichen Gebilden aus Lösungen, bei welcher die Ausschaltung der Düse durch Drehung bewirkt wird, dadurch gekennzeichnet, daß behufs Anordnung beliebig vieler Düsen das Zuflußrohr *a* mit einem Rohr *d* in Verbindung gebracht ist, um das ein zweites, mit mehreren, in bekannter Weise um Gelenkhähne *i* drehbaren Düsen *l* versehenes Rohr *e* drehbar angeordnet ist.

945. Gocher Ölmühle, Gebr. van den Bosch, Goch (Deutschland). Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden.

Schweiz. P. 39 711; franz. P. 373 887; brit. P. 3606¹⁸⁹⁷; österr. P. 36 922 (Rheinische Kunstseide-Fabrik Akt.-Ges., Köln a. Rh.).

Gegenstand der Erfindung ist eine Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden, die eine mit einer Zuleitung versehene Kammer für eine Lösung, aus welcher die künstlichen Fäden durch Fällung hergestellt werden sollen, besitzt, deren Boden zueinander parallele feine Kanäle für den Austritt der Lösung in Strahlenform aufweist. Der obere Teil der Kammer ist von einer zweiten Kammer für eine Fällflüssigkeit umgeben, wobei diese zweite Kammer feine Bodenkanäle besitzt, die zu den Kanälen der ersten Kammer parallel liegen, damit die Strahlen aus allen Kanälen gleiche Richtung haben.

In Fig. 369 ist der Gegenstand der Erfindung in einer beispielsweise Ausführungsform im Vertikalschnitt dargestellt. *b* ist eine Kammer, welche eine Zuleitung *a* besitzt. In ihrem auswechselbaren Boden *d*, der an der Kammerwand durch Gewinde *c* befestigt ist, sind feine, zueinander parallele Kanäle *d*¹ angeordnet. Der obere Teil der Kammer *b* ist von einer zweiten Kammer *g* umgeben. Der Boden *k* dieser zweiten Kammer bildet mit dem oberen Teil der Kammer *b* ein Stück und stößt bei *o* flach gegen die äußere Wand von *g*. In dem Boden *k* sind feine Kanäle *g*¹ angeordnet, die zu den Kanälen *d*¹ parallel liegen. *f* ist eine absperrbare Zuleitung zur Kammer *g*. *h* ist ein Leitzylinder, der Ansätze *i* besitzt, auf welche sich der Boden *k* aufstützt, so daß beide Kammern in den Leitzylinder eingesetzt sind. *p* soll eine Verschlusskappe bedeuten, die seitliche Kanäle *p*¹ besitzt. Die Kammer *b* ist zur Füllung mit der schleimigen zähen Spinnlösung bestimmt, die Kammer *g* zur Füllung mit der Fällflüssigkeit. Die aus der Kammer *g* nach unten

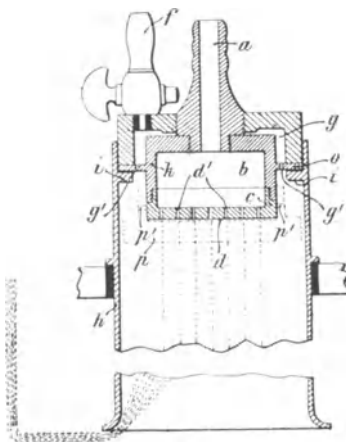


Fig. 369.

austretenden Fällflüssigkeitsstrahlen werden gleiche Richtung haben wie die aus der Kammer *b* tretenden Lösungsstrahlen. Hierdurch soll verhindert werden, daß die feinen, in der Zeichnung durch gestrichelte Linien angedeuteten Fäden sich verwirren und etwa vor Erstarrung miteinander verschmelzen, was möglich wäre, wenn die Fällflüssigkeit so zu den Lösungsfäden zugeführt würde, daß sie deren Richtung seitlich beeinflussen könnte. Es soll so möglich sein, einen aus mehreren, z. B., wie in der Zeichnung angegeben ist, 7 Einzelfäden zusammengesetzten Gesamtfaden herzustellen, dessen Einzelfäden nicht miteinander verschmolzen sind. Da der Boden *d* auswechselbar ist, kann man die Anzahl und die Feinheit der zu erzielenden Fäden abändern. Es könnten mehrere Lösungs- und Fällflüssigkeitskammern in einem gemeinsamen Leitzylinder angeordnet sein. Die Höhe der Leitzylinder richtet sich nach der Erstarrungsgeschwindigkeit der Lösung. In vielen Fällen wird eine Höhe von 30—50 cm genügen. Die Fäden werden unterhalb des unteren Randes des Leitzylinders, der vorteilhaft in einem Gefäß so aufgehängt ist, daß die sich im Gefäß sammelnde Fällflüssigkeit bis zu den unteren Öffnungen der Kanäle *d*¹ reicht, herumgeführt und können dann aufgespult werden.

Nach Mertz.

946. E. Mertz. Maschine zum Spinnen künstlicher Seide.

Franz. P. 364 912; schweiz. P. 34 741.

Die Maschine gestattet, den Walzen, auf die die gesponnenen Fäden aufgewickelt werden, während des Spinnens eine verschiedene Geschwindigkeit zu geben und dadurch die Nummer des gesponnenen Fadens zu verändern. Es geschieht dies durch Verschieben des die Maschine antreibenden Riemens auf einer konischen

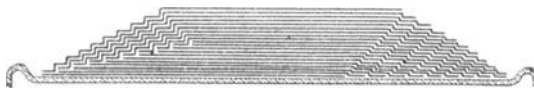


Fig. 370.

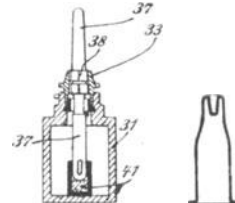


Fig. 371. Fig. 372.

Riemenscheibe. Weiter geschieht die Bewickelung der Spulen in der aus Fig. 370 ersichtlichen Weise, was für das Abspulen vorteilhaft sein soll. Die Spinnöffnungen sitzen auf dem Zuführungsrohr *31* (Fig. 371) und werden durch in der Längsrichtung des kegelförmigen Dornes *37* verlaufende Kanäle *38* und die Umfassung *33* gebildet. *33* ist durch Bajonettverschluß leicht auswechselbar. Eine weitere Reinigung der Kanäle *38* wird dadurch ermöglicht, daß der Dorn *37* an seinem unteren Ende auf einem Gummipolster *41* ruht, gegen das er gedrückt wird, wenn die Kanäle *38* verstopft sind. Dadurch wird zwischen *37* und *33* ein breiter Raum geschaffen, durch den die Verunreinigungen nach außen weggeführt werden. Oder die Spinnöffnungen befinden sich einzeln oder zu mehreren auf dem nach unten eingebogenen Ende von Glasröhren

die durch eine geeignete Dichtung auf den Zuführungsröhren für die Spinnlösung befestigt sind (Fig. 372). Verunreinigungen oder Luftblasen sammeln sich in dem Ringraum oberhalb der Spinnöffnungen an.

Die Patente enthalten 12 Zeichnungen.

Diese Vorrichtung ist von dem Erfinder in dem

947. schweiz. Zusatzpatent 34 741/648

dahin abgeändert worden, daß durch eine besondere Bewegung des Fadenführers die einzelnen Windungen auf den Spulen möglichst parallel liegen und die Fäden der einzelnen Lagen sich in möglichst spitzem Winkel schneiden. (4 Zeichnungen.)

Nach Friedrich.

948. E. W. Friedrich, Brüssel. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden.

D.R.P. 172 264 Kl. 29a vom 8. IX. 1904 (gelöscht); brit. P. 17 381¹⁹⁰⁵; franz. P. 357 172; österr. P. 30 705; Ver. St. Amer. P. 827 434; schweiz. P. 35 080.

Bei dieser Vorrichtung werden die aus Zelluloselösungen durch Einführung in eine Erhärtungsflüssigkeit in bekannter Weise hergestellten einzelnen Fäden durch die Bewegung dieser Flüssigkeit derart zusammengedreht, daß diese Zusammendrehung erst erfolgt, nachdem die Fäden bereits erhärtet sind. Es wird so ein Zusammenkleben der einzelnen Fäden vermieden, wie es bei bekannten Vorrichtungen eintreten kann, bei denen die Flüssigkeit in ihrer Gesamtheit in Drehung versetzt wird, so daß schon beim Austritt in diese Flüssigkeit ein Zusammendrehen der Fäden stattfinden kann. Aus dem Rohr *a* (Fig. 373) tritt die zur Herstellung der Fäden dienende Masse durch die mit einer Anzahl feiner Öffnungen versehene Düse *b* in das Rohr *c* ein, in das gleichzeitig durch das Rohr *d* die Koagulierungsflüssigkeit eintritt. Es bilden sich dünne Fäden, die bei dem Hochsteigen im Rohr dadurch zusammengedreht werden, daß der Teil *e* des Rohres schraubenförmig¹⁾ ausgebildet ist. Hierdurch wird die aufsteigende Flüssigkeit in Drehung versetzt, wodurch die Fäden umeinander geschlungen werden. Sollte hierbei ein Einzelfaden reißen, so wird er wieder mit um den Hauptfaden geschlungen. Durch geeignete Wahl der Anzahl der Drehungen des Rohres hat man es in der Hand, wie oft man die Fäden umeinander schlingen will, was bei den Vorrichtungen, bei denen die gesamte Flüssigkeit in Drehung versetzt wird, ebenfalls nicht der Fall ist. Der fertige Faden tritt aus dem oberen Teile des Gefäßes bei *f* aus, und wird z. B. mittels der Rolle *h* weitergeführt. Die Koagulierungsflüssigkeit fließt durch *g* ab. Die Bewegung des Fadens und der Erstarrungs-

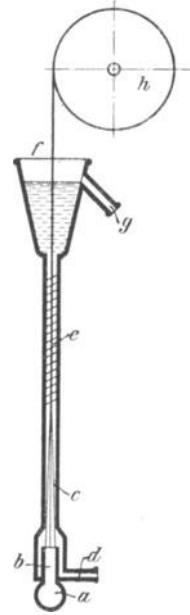


Fig. 373.

¹⁾ Siehe besonders schweiz. P. 35 080.

flüssigkeit kann auch von oben nach unten oder in anderer geeigneter Weise geschehen, doch ist die Bewegung von unten nach oben am zweckmäßigsten, weil hierbei jede Luftblasenbildung in den Röhren verhindert wird. Auch gestattet diese Bewegungsrichtung dem Faden, seinem Bestreben, infolge seines geringen spezifischen Gewichtes nach oben zu steigen, nachzugeben, was für die Fadenbildung vorteilhaft ist.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß die in bekannter Weise aus einer mit kapillaren Öffnungen versehenen Düse in ein Rohr austretenden einzelnen Fäden zunächst in einer parallel dem Fadenlaufe in dem Rohr bewegten Flüssigkeit jeder für sich zum Erstarren gebracht und alsdann durch eine Drehbewegung der Flüssigkeit umeinander geschlungen werden.

2. Ausführungsform der Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Bewegung des Fadens und der Erstarrungsflüssigkeit von unten nach oben erfolgt.

949. E. W. Friedrich, Brüssel. Vorrichtung zur Trennung von Kunstfäden von der Erstarrungsflüssigkeit und zum Aufspulen dieser Fäden.

D.R.P. 172 265 Kl. 29a vom 8. IX. 1904 (gelöscht); franz. P. 357 172; schweiz. P. 35 080.

Um eine möglichst schnelle Trennung der Fäden von der anhaftenden Erstarrungsflüssigkeit zu erzielen und sie alsbald aufzuspulen, läßt man die Fäden auf ein saugfähiges endloses Tuch auflaufen, das fortwährend durch Quetschwalzen von der aufgesaugten Flüssigkeit befreit wird und so seine Saugfähigkeit dauernd behält. Auf dem Tuche liegt in einiger Entfernung von der Stelle, wo der Faden auf das Tuch gelangt, eine Spule auf, die zur Aufwicklung des Fadens dient und, da sie ihre Drehung durch Reibung an dem Tuche erhält, dem Faden weder voreilen noch gegen ihn zurückbleiben kann. (1 Zeichnung.)

Nach Leclair.

950. Ch. C. Leclair. Sich drehende Spinnvorrichtung.

Franz. P. 359 026.

Die Vorrichtung, durch die der gebildete Faden sofort gezwirnt wird, befindet sich an dem oberen Ende eines sich drehenden senkrecht stehenden Rohres, welches durch den Boden des die Fällflüssigkeit enthaltenden Gefäßes hindurchgeht und an seinem unteren Ende angetrieben wird. Statt in ein Fällbad kann auch in Luft oder einen unter Druck oder Vakuum stehenden Raum gesponnen werden. Die zu verspinnende Lösung wird durch ein seitliches Rohr sehr nahe bei den Spinnöffnungen zugeführt, um Erhitzung und Zersetzung der Spinnlösung zu vermeiden. Durch einen Hebel kann der Spinnkopf aus dem Fällbade gehoben werden, wenn er gereinigt werden soll. (4 Zeichnungen.)

Nach Linkmeyer.

951. R. Linkmeyer, St. Gilles b. Brüssel. Apparat zur Gewinnung von Kunstfäden.

D.R.P. 222 131 Kl. 29b vom 23. I. 1906 (gelöscht).

Die Erfindung betrifft einen Apparat zur Gewinnung von Kunstfäden, bei dem Fadenbruch nicht entstehen kann, und der durch seine große Fadengeschwindigkeit und Schonung des Materials sehr wirtschaftlich arbeitet. Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß das Spinnen der Fäden — von ihrem Eigengewicht unterstützt — durch ein Fließen der Fällflüssigkeit in der Bewegungsrichtung der Fäden, die, nach abwärts gezogen; die Flüssigkeitsmasse in Strömung und Kreislauf versetzen, bewerkstelligt wird, und zwar in der Weise, daß die Fäden die Aufwärtsbewegung der Flüssigkeit nicht mitmachen.

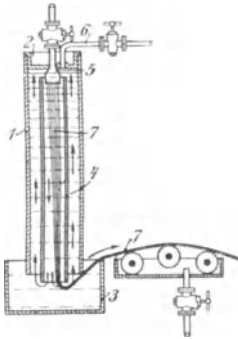


Fig. 374.

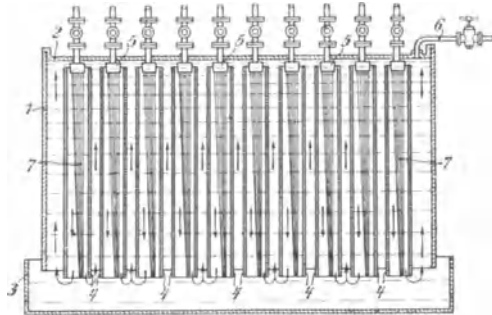


Fig. 375.

Zur Ausführung dieses Grundgedankens dient eine Vorrichtung, bestehend aus einem Gefäß, das in einen Untersatz hineinragt. Im Innern des Gefäßes sind Röhren angeordnet, in denen die Flüssigkeit und die Fäden sich nach abwärts bewegen. Diese Röhren münden unten ebenfalls in den Ansatz; die obere Mündung dient zur Aufnahme der mit den Spinnöffnungen versehenen Mundstücke. Die ganze umlaufende Flüssigkeitssäule wird vom Luftdruck getragen.

In der Zeichnung ist der Gegenstand der Erfindung beispielsweise veranschaulicht. Es zeigt Fig. 374 einen senkrechten Querschnitt, Fig. 375 eine Stirnansicht des Apparates. Der Apparat besteht aus einem langen schmalen Kasten 1, dessen breite Vorder- und Rückwände am besten aus Glasscheiben gebildet werden. Das obere Ende des Kastens 1 ist durch einen Deckel luftdicht abgeschlossen, während das untere offene Ende in den mit der Fällflüssigkeit gefüllten Untersatz 3 hineinragt. Im Innern des Kastens 1 sind ein oder mehrere hohle Glaszylinder 4 senkrecht angeordnet. Diese hohlen Glaszylinder münden unten ebenfalls in den Ansatz; in das obere Ende ragen die mit Spinnöffnungen versehenen Mundstücke 5 hinein, aus denen die Zelluloselösung in das den Kasten 1 ausfüllende Fällungsbad ausfließt. An den Deckel 2 des Kastens kann das Saugrohr 6 einer Vakuumpumpe angeschlossen werden, um den Kasten 1 durch Ansaugen mit dem Fällungsbad anzufüllen.

In dieser Weise wird die ganze Säule der Fällungsflüssigkeit vom Luftdruck getragen. Die aus dem Mundstück 5 austretenden Fäden 7 werden durch den Glaszylinder 4 abwärts gezogen und nach dem Austreten aus dem Fällungsbad in bekannter Weise über mehrere Reihen Walzen geleitet und nachher aufgewickelt. Durch die kontinuierliche Bewegung der Fäden 7 in den Glaszylindern 4 läuft die Gesamtmenge des Fällbades in den letzteren in Richtung der Fadenbewegung um. Die Aufwärtsbewegung der Flüssigkeitsmasse erfolgt außerhalb des Rohres 4 im Gefäß 1, wie sie durch die Pfeile angedeutet ist. Diese Aufwärtsbewegung machen aber die Fäden nicht mit. Durch diese Anordnung werden die auf den Fadenabzug störend wirkenden Gegenströmungen in den Glaszylindern 4 vermieden.

Patentanspruch: Apparat zur Gewinnung von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß in einem oben geschlossenen, unten in einen Untersatz (3) hineinragenden, mit Fällflüssigkeit zu füllenden Gefäße (1), welches oben mit einem zur Luftpumpe führenden Rohr (6) versehen sein kann, eine oder mehrere, oben und unten offene, bis in den Untersatz reichende Röhren (4) angebracht sind, in welche am oberen Ende die mit Spinnöffnungen versehenen Mundstücke (5) hineinreichen.

952. C. R. Linkmeyer, Hirschberg i. Schles. Vorrichtung zum gleichzeitigen Spinnen und Zwirnen von Kunstfäden in einem Arbeitsgange mittels sich drehender, mit einer Spinn-düse versehener Hohlspindel.

D.R.P. 249 002 Kl. 29a vom 17. VI. 1911 (gelöscht).

Bei der Herstellung von künstlichen Fäden wird zumeist in der Weise verfahren, daß man die Fäden zunächst ohne Drehung, also parallel zueinander, auf einen Garträger wickelt. In einem zweiten Arbeitsgang werden dann die Fäden von dem Garträger abgezogen und gezwirnt. Dadurch, daß das Fadenbündel dann irgendwelche Drehung nicht besitzt, ist das Abspulen bei diesem Verfahren mit gewissen Schwierigkeiten verknüpft, indem sehr leicht ein Teil der feinen Elementarfäden reißt und auf der Spule verbleibt, während die übrigen Fäden weiter abgezogen werden und schließlich ebenfalls reißen, und das Abspulen dadurch vereitelt wird. Es ist auch versucht worden, das Spinnen und Zwirnen in einem Arbeitsgang zu vereinen; bei den bekannten Vorrichtungen, welche hierzu dienen, machen sich so erhebliche Übelstände bemerkbar, daß dieses Verfahren bisher irgendwelche Bedeutung für die Praxis nicht erlangen konnte. Diese beim Spinnen und Zwirnen gleichzeitig auftretenden Übelstände führten zum Bau sich drehender Düsen, die von vornherein ein völlig fertiggezwirntes Fadengut erzeugten. Hierbei mußten aber die Drehdüsen mit sehr hohen Drehzahlen arbeiten, was wiederum starke Abnutzung der Dichtungsflächen, Störungen beim Spinnen durch die auftretende Schleuderkraft und schnelle Bewegung der Düse hervorrief, so daß ein einwandfreies Erzeugnis mit der sich schnell drehenden Düse nicht hergestellt werden konnte. Es ist auch versucht worden, dem Faden dadurch Drehungen zu geben, daß er durch ein mit Schraubenwindungen versehenes Rohr

gezogen wird; ein gleichzeitig mit dem Faden das Rohr durchfließender Wasserstrom sollte die Drehung herbeiführen. Von einem wirklichen Drehen kann jedoch bei dieser Einrichtung nicht gesprochen werden, da eine der zwei Grundbedingungen für das Zwirnen — entweder die Auf- oder die Abwickelstelle um die Achse des Fadens zu drehen — nicht erfüllt ist.

Wenn man nun davon absieht, einen fertig gezwirnten Faden sofort zu erzeugen und nur den Gedanken verfolgt, einen mit weniger Drehung versehenen Faden herzustellen, so geht das folgende Abspulen dieser Fäden außerordentlich sicher vonstatten, und es läßt sich mit Hilfe der im folgenden beschriebenen Vorrichtung ein technisch wertvolles Erzeugnis erhalten. Man kann außerdem den Bau der Spindel anders gestalten, weil keine Schleuderkraft auftritt. Der in dieser Weise auf der Spinnmaschine hergestellte Faden ist also als eine Art mit Drehung versehenes Vorgespinnst anzusehen, ähnlich dem Vorgarn natürlicher Spinnfasern. Etwa abreißen Einzelasern gliedern sich durch die leichte Drehung, welche das Faserbündel besitzt, dem Hauptfaden immer wieder von selbst zu.

Von den beiden Möglichkeiten, welche bestehen, um den gedachten Zweck auf der Spinnmaschine zu erreichen, nämlich entweder die aufgewickelte Spule oder die Entstehungsstelle um die Achse des Fadens

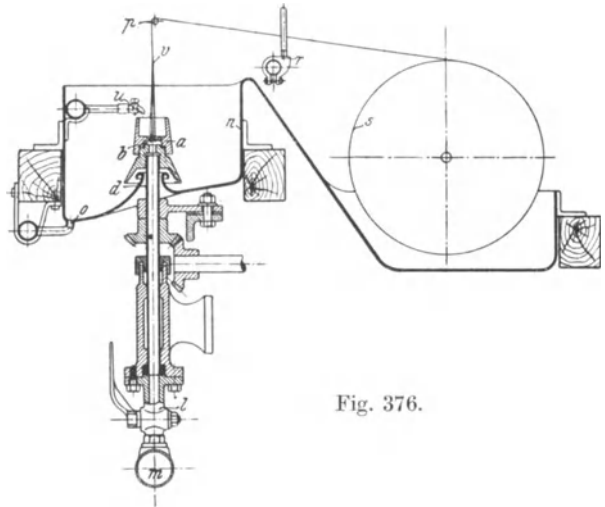


Fig. 376.

zu drehen, bedient sich die vorliegende Einrichtung der letzteren. Bei den bisher bekannten Vorrichtungen dieser Art läßt man eine die Spinnmasse zuführende Spindel in das Fällbad eintauchen; das Fällbad ist in einem besonderen Behälter enthalten. Die Vorrichtungen werden durch diese Anordnung verwickelt und umständlich in der Bedienung. Die Spindel muß dann außerdem aufklappbar eingerichtet werden, um die Spindeldüse gegebenenfalls aus dem Bade entfernen zu können, was jedesmal erforderlich ist, wenn die Spindeldüse gegen eine andere ausgetauscht werden soll. Zudem bringt das Drehen der Spindel in den Fällbädern selbst verschiedenartige Nachteile mit sich, indem das Bad, in welchem, wie die Praxis ergibt, sich Fäden- und Zellulosepartikel ansammeln, immer aufgerührt und in fortwährender Bewegung und hierdurch trübe gehalten wird.

Der neuen Vorrichtung haften diese Nachteile nicht an. Sie besteht (Fig. 376) aus einer aufrecht stehenden hohlen Spindel, welche in Drehung

versetzt wird. An dem nach oben gerichteten Ende dieser Spindel befindet sich die Spinddüse und oberhalb davon, ebenfalls mit der Spindel verbunden, der Behälter, welcher das Fällbad aufnimmt. Behälter und Spinddüse müssen die Drehungen der Spindel mitmachen und sind so ausgeführt, daß sie leicht beim Wechsel der Spinddüse abgenommen werden können. Die Anordnung eines besonderen Fällbadbehälters fällt daher hier fort.

Der Arbeitsgang ist folgender. Die in dem Rohre m unter Druck stehende Spinnmasse durchläuft die hohle Spindel d und tritt in Form von Fäden aus den Öffnungen der Düse b , welche den Boden des Behälters a bildet. Durch das im Behälter a vorhandene Fällmittel werden die gedrehten Fäden sofort erhärtet. Die Fäden werden dann über einen Glasstab p mittels einer Wickelspule s gezogen. Durch den Fadenführer r werden die Fäden auf der Wickelspule s in regelmäßigen Lagen geordnet. Durch ein Rohr und daran angeschlossene Hähnchen u läuft dem sich drehenden Flüssigkeitsbehälter stets eine geeignete Menge Ersatzfällflüssigkeit zu. Beim Auswechseln der Spinddüse wird dieses Hähnchen geschlossen, so daß der Zulauf aufhört, ebenfalls wird der Spinnmassenhahn l bei diesem Vorgang geschlossen. Die verbrauchte Fällflüssigkeit sowie etwaige Fadenreste werden durch den Behälter nach außen geschleudert und durch einen Schutzkasten n aufgefangen. Aus diesem läuft die Fällflüssigkeit mittels Rohr o zu einem gemeinsamen Behälter, in welchem die Fällflüssigkeit wieder regeneriert und dem Arbeitsgang wieder zugeführt wird. Die Vorteile der neuen Vorrichtung bestehen auch noch darin, daß eine sehr geringe Menge Fällflüssigkeit angewandt zu werden braucht, daß infolge der niedrigen Drehzahl die sich drehenden Teile keiner wesentlichen Abnutzung unterliegen, und daß schließlich die Fällung selbst in einem sich drehenden, nach oben offenen und deshalb leicht zu bedienenden kleinen Behälter erfolgt.

Patentanspruch: Vorrichtung zum gleichzeitigen Spinnen und Zwirnen von Kunstfäden in einem Arbeitsgange mittels sich drehender, mit einer Spinddüse versehener Hohlspindel, dadurch gekennzeichnet, daß die Spinddüse nach oben in einen Fällbadbehälter mündet, der gemeinsam mit der Hohlspindel gedreht wird.

953. C. R. Linkmeyer, Bad Salzuffen. Vorrichtung zur Erzeugung von Kunstfäden in ununterbrochenem Arbeitsgange.

D.R.P. 415 479 Kl. 29a vom 25. X. 1923.

Es sind schon Versuche gemacht worden, Kunstfäden im ununterbrochenen Arbeitsgange herzustellen. Alle bisher bekannt gewordenen Vorrichtungen haben keinen Eingang in die Praxis finden können. Entweder wurden die Fäden in dem Arbeitsgange zu sehr beansprucht oder beschädigt, oder die chemischen Wirkungen kamen nicht zu Ende, wurden nur unvollkommen durchgeführt, weil nicht genügend Zeit für die einzelnen Fabrikationsabschnitte zur Verfügung stand, so daß in allen Fällen minderwertige Produkte entstanden. Dem vorliegenden Verfahren haften diese Mängel nicht an. Bekanntlich folgen dem

Spritzen des Kunstfadens verschiedene Behandlungen chemischer und auch thermischer Art, welche eine gewisse Zeit beanspruchen um zu Ende zu kommen. Um nun den gesamten Arbeitsgang in ununterbrochenem Lauf durchführen zu können, muß ein Fadende in einer Länge von mehreren tausend Metern zur Verfügung stehen, dazu in einer Form, welche die Bearbeitung gestattet ohne das Material zu be-

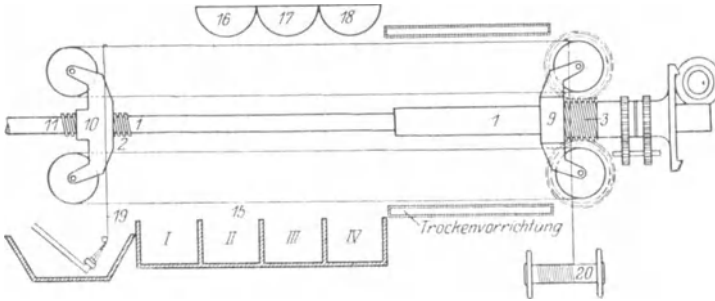


Fig. 377.

schädigen. Diese Bedingungen werden in der vorliegenden Erfindung durch eine entsprechend lange Fadenschraube erfüllt. Man hat es in der Hand, dieser Fadenschraube eine beliebige Form zu geben. Ist nun z. B. wie beim Kupferstreckspinnverfahren ein Zeitraum von zwei Stunden für die Nachbehandlung erforderlich und entsteht der Faden mit einer Geschwindigkeit von 30 m in der Minute, so läßt man die Fadenschraube in einer Länge von 3600 m entstehen. Oder hat man

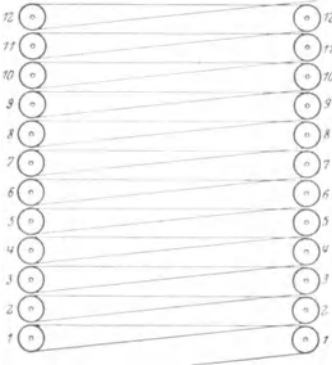


Fig. 378.

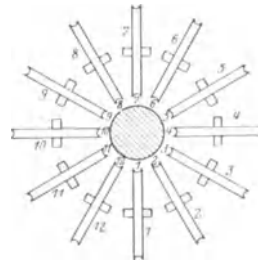


Fig. 379.

beim Viskoseverfahren 90 Minuten nötig und wird mit 50 m Abzugsgeschwindigkeit gearbeitet, so läßt man die Fadenschraube mit 4500 m Länge entstehen. Hierzu wird ein eigenartiger Haspel angewandt. In Fig. 377 wird dieser Mechanismus im Längsschnitt veranschaulicht. Auf einer Achse 1 ist rechts und links ein Kopfstück (Fig. 378) vorgesehen. Das rechts befindliche Kopfstück 9 ist fest aufgekeilt, das linke 10 ist durch Schraubenspindel 11 in der Längsrichtung verstellbar. Diese Kopfstücke tragen in sternförmiger Anordnung Seilrollen, jedes 12.

Die Seilrollen der rechten Seite sind außerdem als Zahnräder ausgebildet. Die Seilrollen des linken und rechten Stückes stehen sich genau gegenüber. Um diese Seilrollen wird nun ein einziges endloses Seil in der aus Fig. 378 ersichtlichen Weise gelegt, und dann das Ganze mittels der Schraube 11 angespannt. Die straffgespannten äußeren Seiltrumms bilden auf diese Weise einen Haspel, bei welchem die Seile die sonst üblichen Längsschienen des Haspels ersetzen. Dreht man nun an der Schraube 3, was auch, während der Haspel sich dreht, geschehen kann, so bewegen sich alle äußeren Seiltrumms nach der einen und alle inneren Trumms nach der entgegengesetzten Richtung. Die Arbeitsweise ist wie folgt: Der aus dem Fällbad gehobene soeben gespritzte Faden 19 läuft an der linken Seite des Haspels auf. Bei jeder Umdrehung des Haspels werden die Seile um die Dicke eines Fadens nach rechts bewegt. Lage an Lage wickeln sich die Fäden dadurch auf den Haspel und füllen ihn schließlich ganz aus. Auf der rechten Seite werden die Fäden durch die Spulen 20 abgezogen. Ist die Maschine einmal in Gang gesetzt, so läuft sie ununterbrochen ohne Störung weiter. Eine beliebige Art der Nachbehandlung kann angewandt werden. Entweder durch Beträufeln oder auf eine andere Weise, wie dies durch die Becken 16, 17, 18 angedeutet wird. Durch Becken 15 wird die Flüssigkeit wieder aufgefangen. Am rechten Ende des Apparates ist eine Trockeneinrichtung vorgesehen. Diese kann beliebiger Art sein und auch beliebig erwärmt sein. Ein Haspel kann für einen oder auch für mehrere gespritzte Fäden gleichzeitig dienen. Der Apparat ist nicht auf die Anwendung eines Systems beschränkt, er kann sowohl für das Thielesche Streckspinnverfahren als auch für Viskose oder für das Acetatverfahren angewandt werden. Besonderen Wert hat das Verfahren für die Erzeugung feinsten Garnnummern, da diese sehr empfindlich sind. Die Fäden werden bei der neuen Arbeitsweise geschont, denn sie bleiben während der Dauer aller Einwirkungen immer auf dem anfangs eingenommenen Platze liegen, werden weder berührt noch verschoben. Ebenso wenig können sie durch die auftropfenden Flüssigkeiten beschädigt werden. Der Apparat sichert qualitativ bessere Ausbeute, gleichmäßigere Arbeitsweise und Ersparnis an Arbeitskräften und Löhnen.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Erzeugung von Kunstfäden in ununterbrochenem Arbeitsgang, dadurch gekennzeichnet, daß auf einer umlaufenden Welle Kopfstücke angeordnet sind, die in sternförmiger Anordnung paarweise zusammenarbeitende Seilrollen tragen, über welche ein einziges endloses Seil als Träger für die Kunstfäden geführt wird.

Nach Cuntz.

954. L. Cuntz. Verfahren zur Herstellung von Zellulosegebilden aus Zelluloselösungen.

Franz. P. 383 411.

Wäßrige Zelluloselösungen (z. B. Viskoselösungen, Lösungen von Zellulose in Chlorzink oder Kupferoxydammoniak) werden nicht sofort nach dem Austreten aus der Spinnöffnung koaguliert, sondern zunächst geformt. Dies kann geschehen z. B. in Aceton, Benzol, Petroleum,

Schwefelkohlenstoff, Ölen, wie Terpentinöl, überhaupt in Stoffen, die sich mit der Zelluloselösung nicht verbinden und damit keinen Niederschlag geben. Das geformte Gebilde tritt dann in das Fällbad ein, das aus Säuren, Alkalien, Salzlösungen oder Mischungen davon besteht. Die Formung kann auch in der Luft erfolgen. Die gefällten Fäden werden in der üblichen Weise nachbehandelt. Um künstlicher Seide möglichst hohen Glanz zu verleihen, muß nach der Fadenbildung und beim Trocknen jede Kontraktion vermieden werden.

Nach Dreaper.

955. W. P. Dreaper, Felixstowe.
Verbesserungen an Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 13 868¹⁹⁰⁷.

Es handelt sich um eine Vorrichtung zur Ausführung des Thieleschen Streckspinnverfahrens¹⁾, bei dem zuerst eine schwächere und dann eine stärkere Fällflüssigkeit verwendet wird. Einem aufrecht stehenden, oben geschlossenen Zylinder *A* (Fig. 380) wird die zu verspinnende Lösung durch *E* zugeführt. In das Rohr *B* tritt die schwach wirkende Fällflüssigkeit durch *D* ein, während die stärker wirkende Fällflüssigkeit durch *C* zunächst in den Raum zwischen *Bund A* gelangt. Beide Flüssigkeiten durchfließen *A* in derselben Richtung, ohne sich zu früh miteinander zu vermischen. Es wird dadurch eine gleichmäßige Fällung erzielt.

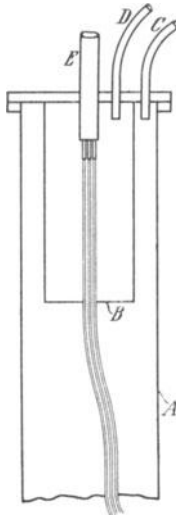


Fig. 380.

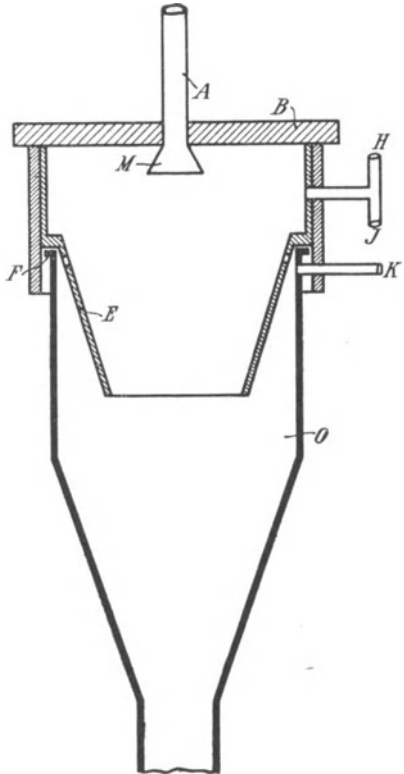


Fig. 381.

956. W. P. Dreaper, Felixstowe. Verbesserungen an Apparaten zur Herstellung künstlicher Seide u. dgl.

Brit. P. 21 872¹⁹⁰⁸.

Die Vorrichtung ist eine Verbesserung der im britischen Patent 13 868¹⁹⁰⁷ (s. vorstehend) beschriebenen. Die zu verspinnende Lösung wird durch *A* (Fig. 381) und die Brause *M* zugeführt. Die erste, schwä-

¹⁾ Siehe S. 191 u. ff.

chere Fällflüssigkeit tritt durch *J*, die zweite stärkere durch *K* ein. *H* dient zum Ansaugen der Lösung und zur Entfernung der Luft aus der Spinnvorrichtung. Aus dem Raum *O* entweicht die Luft bei *F*, falls da nicht abgedichtet ist, oder durch Löcher im oberen Teile von *E*.

Nach Chandelon.

957. Th. Chandelon. Einrichtung zur Herstellung künstlicher glänzender Fäden.

Franz. P. 394 009; brit. P. 19 276¹⁹⁰⁸; österr. P. 38 990.

Eine Gruppe von Spinnöffnungen, bei der Herstellung eines Grègefadens z. B. zwanzig, tauchen in eine gemeinsame Rinne, die von der Erstarrungsflüssigkeit durchströmt wird. Der gebildete, aus der Zahl der Spinnöffnungen entsprechend vielen Einzelfäden bestehende Faden wird durch die Rinne auf eine Walze geführt und dort aufgewickelt. Reißt ein Einzelfaden, so wird er durch die Walze, die sich in der Richtung der Fällrinne dreht, mitgenommen und mit den anderen Fäden aufgewickelt. Die Zuführungsrohre zu den Spinnöffnungen sind für sich absperrenbar, eine gemeinsame Hauptleitung speist die Zuführungsrohre. (5 Zeichnungen.)

Nach Crombie.

958. W.A.E. Crombie. Vorrichtungen zur Herstellung von Fäden aus Lösungen.

Franz. P. 405 782; brit. P. 16 557¹⁹⁰⁸.

Dem mit einem kegelförmigen Ansatz *B* versehenen Fälltroge *A* (Fig. 382) wird die Fällflüssigkeit durch das Rohr *H* zugeführt, das

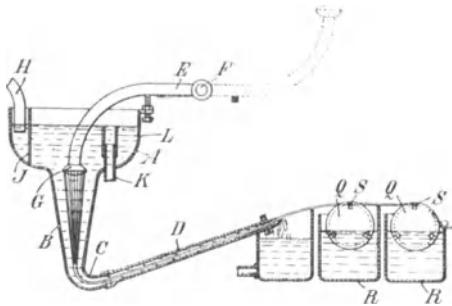


Fig. 382.

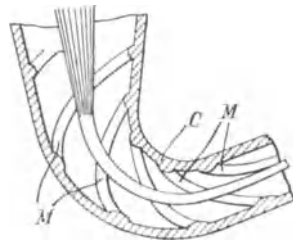


Fig. 383.

hinter der durchlocherten Wand *J* mündet, um Strömungen im Fällbade zu vermeiden. Die Spinnlösung wird durch die Rohre *F* und *E* und die Brause *G* zugeführt. Ein gleichmäßiger Flüssigkeitsbestand in *A* wird durch das Abflußrohr *K* und den verschiebbaren Ansatz *L* aufrechterhalten. Das Rohr *D* ist innen mit schraubenförmig verlaufenden Wülsten *M* (Fig. 383) versehen, die auch durch Rinnen ersetzt sein können, um den Faden vor Berührung mit der Wandung von *C* und *D* zu schützen und ihm eine Drehung zu verleihen. Die aus *D* austretenden

Fäden werden über Rollen *Q* geführt, die in der Richtung der Fäden mit Rillen versehen sind und in Tröge *R* tauchen, welche bei ihrer Drehung die zur weiteren Behandlung der Fäden nötigen Chemikalien oder Waschflüssigkeit auf die Fäden bringen. Einschnitte *S*, die in der Richtung der Walzenachse verlaufen, dienen zur Einführung eines Messers zum Abschneiden der Fäden, falls sie sich verwirren und um die Walzen wickeln.

Nach Crombie und Schubert.

959. W. A. E. Crombie und F. Schubert. Vorrichtung zur Erzeugung von Fäden aus Lösungen.

Franz. P. 409 387; brit. P. 24 922¹⁹⁰⁸.

Die Vorrichtung arbeitet mit 2 Fällflüssigkeiten. Dem Behälter *A* (Fig. 384) wird die erste Fällflüssigkeit von *C* über das Glasrohr *D* zugeführt. Die zweite Fällflüssigkeit ist in dem Troge *H* enthalten, sie reicht höher als *J*, der Trichter *K* ist bei *L* höher und tiefer zu stellen, dadurch wird der Raum *J* enger oder weiter. Die Spinnlösung fließt durch *B* zu. Man füllt durch Saugen bei *N* den Raum *A* mit Fällflüssigkeit und schließt *N*. Dann führt man eine genügende Menge der ersten Fällflüssigkeit so ein, daß das Niveau der zweiten Lösung sich unter dem der zugeführten Zelluloselösung befindet. *A* und *D* bilden einen Siphon, und die erste Fällflüssigkeit fließt so schnell aus *D* ab, als sie durch *E* zugeführt wird, d. h. so rasch, daß die Lösung in *A* auf der gewünschten Stärke erhalten bleibt und die zweite Lösung nicht nach *A* gelangt. Beide Lösungen vermischen sich nur langsam durch Diffusion.

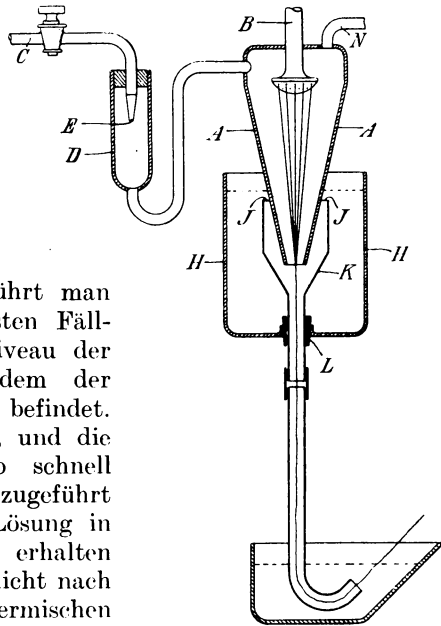


Fig. 384.

Nach Borzykowski.

960. B. Borzykowski, Charlottenburg. Spinnmaschine für Kunstfäden.

D.R.P. 248 349 Kl. 29a vom 16. IX. 1910 (gelöscht); franz. P. 420 682; schweiz. P. 53 749.

Die Maschine unterscheidet sich von bekannten Maschinen mit mehreren gleichzeitig angetriebenen Spulen dadurch, daß ihre gleichzeitig zu bewickelnden Spulen Stirn an Stirn neben- und parallel übereinander angeordnet sind und die aus den Düsen oder Fällbädern austretenden Fäden aufspulen. Hierdurch ist ein wesentlich einfacherer Aufbau der

ganzen Maschine, als bisher bekannt, möglich, indem eine einzige Hauptleitung angeordnet werden kann, aus der die Spinnmasse für die auf beiden Seiten des Spinntisches neben- und übereinander angeordneten Spulenreihen gepreßt wird. Ferner kann der Antrieb sämtlicher über-

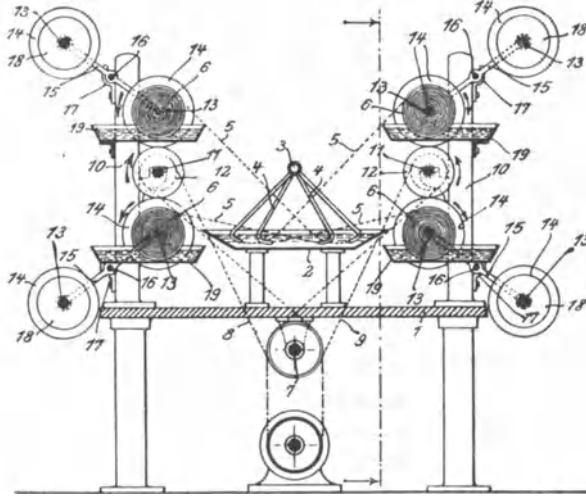


Fig. 385.

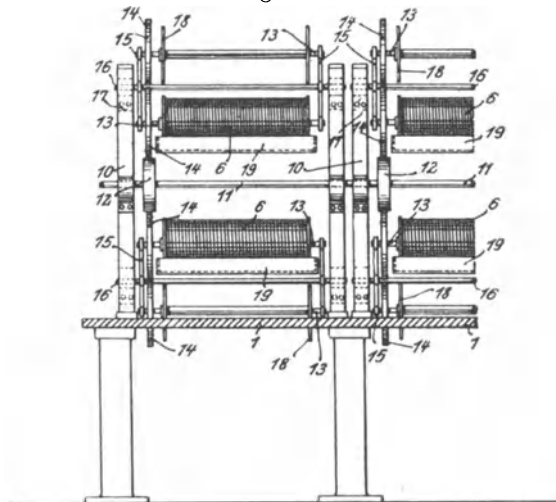


Fig. 386.

und nebeneinander angeordneten Spulen von einer einzigen Hauptantriebswelle erfolgen, für sämtliche zweiseitig neben- und übereinander angeordnete Spulen ein einziges langes oder für je mehrere Spulen je ein Fällbad zur Anwendung gelangen. Der Erfindungsgegenstand ist in Fig. 385 in Stirnansicht mit teilweiseem Schnitt und in Fig. 386 in

Seitenansicht mit teilweiseem Schnitt dargestellt. In der Mitte des Spinntisches 1 ist oberhalb des Fällbadgefäßes 2 die Hauptleitung 3 für die Spinnmasse gelagert. An ihr sind in das Fällbad reichende, zweckmäßig schräg nach abwärts gerichtete Düsen 4 angeordnet. Die aus ihnen austretenden Fäden 5, die durch das Fällbad hindurchgegangen sind, werden auf die beiderseits des Spinntisches neben- und übereinander angeordneten Spulen 6 aufgespult. Der Antrieb der Spulen 6 erfolgt von der zweckmäßig unterhalb des Spinntisches gelagerten Hauptantriebswelle 7 aus etwa durch Riemenantrieb 8 und 9, durch den zunächst eine in den Ständern 10 gelagerte Antriebswelle 11 mit Reibungsscheibe 12 in Umdrehung versetzt wird, von der aus durch auf den Spindeln 13 vorgesehene Reibungsräder 14 die Drehung dieser und der darauf befindlichen Spulen 6 erfolgt. Die Spindeln 13 sind in Haspeln 15 auf beiden Enden drehbar gelagert. Die Zapfen 16 befinden sich in der Mitte der Haspel 15 und sind in den Lagern 17 des Gestelles 10 gelagert. Während die Spulen 6 in Bewegung sind und nötigenfalls in die in den Bädern 19 befindliche Flüssigkeit tauchen, werden die Spulen 18 auf die dazugehörenden stillstehenden Spindeln aufgesteckt.

Patentanspruch: Spinnmaschine für Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß die Wickelspulen, die gleichzeitig die aus den Düsen oder Fällbädern austretenden Fäden aufspulen, Stirn an Stirn nebeneinander und parallel übereinander angeordnet sind.

961. B. Borzykowski, Cleveland, Ohio. Vorrichtung zur Herstellung feiner Kunstfäden.

D.R.P. 384 205 Kl. 29a vom 10. VII. 1920 (Prior. Ver. St. Amer. 31. VIII. 1917); brit. P. 149 295; franz. P. 520 715; Ver. St. Amer. P. 1 401 943 und 1 450 131; schweiz. P. 94 666.

Gegenstand der Erfindung ist eine Vorrichtung zur Herstellung feiner Kunstfäden, die aus vielen feinen Kapillarfäden sich zusammensetzen. Man hat bei solchen Vorrichtungen schon vorgeschlagen, die Streckung des Fadens möglichst außerhalb des Fällbades vorzunehmen, z. B. durch Anordnung von Glasstäben am Ende des Fällbades, über welche der Faden mit regelbarer Reibung geführt wird, um von dort auf eine umlaufende Walze überzutreten. Bei bekannten Einrichtungen dieser Art ist das Verhältnis der Streckung im Fällbad im Verhältnis zur Streckung außerhalb des Fällbades je nach der, wenn auch durch Einstellung der Glasstäbe regelbaren Reibung veränderlich und schwer beherrschbar. Das Wesen der Erfindung besteht im Gegensatz zu den bekannten Einrichtungen darin, daß anstatt der üblichen am Ende des Spinnbadtrogens angeordneten unbeweglichen Glasstäbe oder Fadenführer Abzugsvorrichtungen (Walzen oder Haspel) angeordnet sind, durch deren Geschwindigkeit die Durchtriebsgeschwindigkeit durch das Fixierbad bestimmt ist, und daß der Verzug der geformten Fäden im ganzen Bündel zwischen der besagten Abzugsvorrichtung und der eigentlichen Aufwickelvorrichtung (Spulen oder Haspel) dadurch stattfindet, daß man letztere schneller laufen läßt als die Abzugsvorrichtung.

Fig. 387 stellt eine Anordnung im Querschnitt dar, Fig. 388 zeigt dieselbe Anordnung in Aufsicht, jedoch mit 2 Spinndüsen auf einem Spinnapparat, Fig. 389 stellt einen ausgeschalteten Spinnapparat dar.

Aus der Spinnleitung 1 wird die Spinnmasse durch Druck od. dgl. in das Rohr 2 des Spinnapparates 3 befördert. Spinnapparat 3 besitzt einen Kanal, durch welchen die Masse in den schwenkbaren Hahn 4 (Fig. 387) oder die schwenkbaren Hähne 4 und 4a (Fig. 388) gepreßt wird. Die Masse kann nur dann in den Schwenkhahn eintreten, wenn er sich in wagerechter Lage befindet (Fig. 387). Wird der Hahn jedoch aufrecht gestellt (Fig. 389), so ist der Zufluß der Masse abgestellt. An den Spinn-

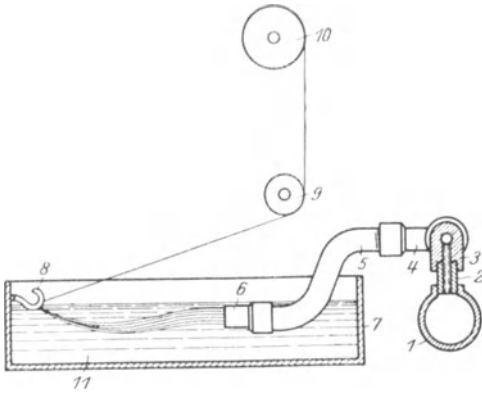


Fig. 387.

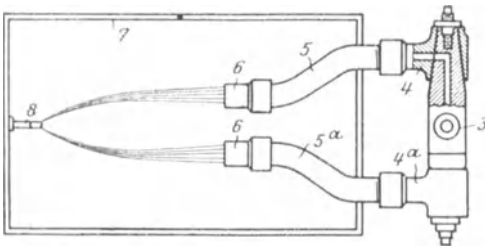


Fig. 388.

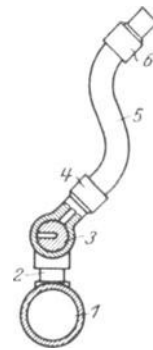


Fig. 389.

hahn oder die Spinnhähne 4 bzw. 4a werden Stützen 5 befestigt, die in zwei Richtungen gebogen sind (s. Fig. 387 und 388). Die Biegung nach Fig. 387 hat den Zweck, die Fäden aus der Spinndüse 6, die durch eine Überwurfmutter od. dgl. an den Stützen 5 befestigt ist, in gerader Linie zu dem Glashaken 8 (Fig. 387) zu leiten und unter dem Wasserspiegel des Bades zu halten. Die Biegung nach Fig. 388 ist nur dann nötig, wenn man die aus zwei oder mehreren Düsen austretenden Fäden zu einem Bündel vereinigen oder auf eine Rolle aufwickeln will. Durch diese Biegung werden die Fäden in einem kleinen Radius zusammengeführt, wodurch jeder Kapillarfaden praktisch die gleiche Streckung beim Abziehen erhält. 9 ist eine durch die ganze Breite der Maschine reichende, besonders angetriebene Abzugswalze. Die Anordnung dieser Walze ist von Wichtigkeit, sie ermöglicht nämlich einen Verzug der Fäden im ganzen Bündel ohne den einzelnen feinen und schwachen Kapillarfaden während der Koagulation oder beim

Austritt aus der Düse zu überspannen und der Gefahr, zerrissen zu werden, auszusetzen. Da diese Walze besonders angetrieben ist, ist es möglich, die Spannung der Fäden im Bade oder an der Düse auf ein Mindestmaß herabzusetzen und nach Belieben zu regeln. Der richtige Verzug des ganzen Fadenbündels erfolgt erst in der Strecke zwischen Walze 9 und Spule 10 in der Weise, daß man auf Spule 10 mehr Meter in der Minute aufrollt als Walze 9 in Wirklichkeit aus dem Fällbad 11 gefördert hat. Z. B.: Wenn Walze 9 eine solche Tourenzahl hat, daß sie 40 m in der Minute liefert, während Spule 10 mit einer Geschwindigkeit umläuft, daß sie 50 m in der Minute aufrollt, so ergibt das einen Verzug des plastischen Fadens von 25%.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung feiner Kunstfäden, die aus vielen feinen Kapillarfäden sich zusammensetzen, dadurch gekennzeichnet, daß das aus den mit vielen feinen Öffnungen versehenen Düsen austretende und im Fällbad koagulierte Fadenbündel durch eine mit besonderem Antrieb versehene Walze oder Haspel (9) mit geringer Streckung durch das Bad gezogen und hierauf durch eine der Abzugswalze oder dem Haspel (9) vorgeschaltete, gleichfalls besonders angetriebene Walze (10) mit größerer Umlaufgeschwindigkeit gestreckt wird.

Nach Hartogs.

962. Dr. J. C. Hartogs, Amsterdam. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden durch Hindurchführen der aus den Spinn-
düsen heraustretenden Fäden durch verschiedene Flüssig-
keiten.

D.R.P. 237 744 Kl. 29b vom 19. VIII. 1910, übertragen auf N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Arnhem, (gelöscht); franz. P. 432 400; brit. P. 16 720¹⁹¹¹; schweiz. P. 56 329; österr. P. 57 613; Ver. St. Amer. P. 1 119 155.

Bei der Herstellung künstlicher Fäden, namentlich beim Spinnen von Kunstseide, hat man besonders auf folgende Punkte zu achten: auf das Koagulieren oder Zersetzen der spinnbaren Flüssigkeit, das Fixieren der koagulierten Masse, die Bewahrung der Weichheit der fertigen Fäden und die Verhinderung des unbeabsichtigten Zusammenklebens der einzelnen Fäden. Diesen Anforderungen an den Spinnvorgang versuchte man bisher dadurch gerecht zu werden, daß man entweder alle Maßnahmen in einer Spinnflüssigkeit vor sich gehen ließ oder aber mehrere Bäder nacheinander benutzte.

Nach der Erfindung soll hinsichtlich der vier genannten Punkte den jeweiligen Anforderungen vollständig entsprochen werden, ohne daß verschiedene Gefäße zur Aufnahme der notwendigen verschiedenen Flüssigkeiten benutzt werden. Die Erfindung besteht darin, daß neben der eigentlichen Fäll- oder Koagulierungsflüssigkeit eine nicht oder wenig damit mischbare zweite Flüssigkeit verwendet wird, vorzugsweise eine solche von anderem spezifischen Gewicht, so daß die beiden Flüssigkeiten übereinander geschichtet werden können. Die zweite Flüssigkeit muß gegen die Fadensubstanz indifferent und von solcher Beschaffenheit sein, daß sie auf den einzelnen Fäden eine Hülle erzeugt, durch die ein Zusammenkleben der Fäden verhindert wird, wie es sonst

vor ihrer vollständigen Fixierung durch die vom Faden mitgerissene Fällflüssigkeit leicht eintritt. Es ist nämlich nicht möglich, die Fäden bis zu ihrer vollständigen Fixierung vollständig getrennt zu halten, weil diese Fixierung lange Zeit in Anspruch nimmt und andererseits das Durchführen der Fäden durch die Koagulationsflüssigkeit mit großer Geschwindigkeit geschehen muß. Dagegen ist es gemäß vorliegender Erfindung leicht, die Fäden auf dem kurzen Wege durch die Koagulationsflüssigkeit und die umhüllende indifferente Flüssigkeit vollkommen getrennt zu halten, während weiterhin die Hülle ein Zusammenkleben verhindert, auch wenn die Fixierung noch nicht beendet ist, so daß zu dieser Fixierung vollständig Zeit bleibt, ohne daß besondere Vorsichtsmaßregeln erforderlich sind. Man kann z. B. die Zellulose in einer wäßrigen sauren Flüssigkeit ausscheiden und dann die gesponnenen Fäden in der Weise, daß sie sich nicht berühren, durch eine Flüssigkeit von anderem spezifischen Gewicht, z. B. Benzol, Öl, Ölsäure, Nitrobenzol, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff od. dgl., zur Weiterbehandlung hindurchführen. Die Schutzhülle kann dann nach vollständiger Beendigung der Fixierung durch geeignete Waschflüssigkeiten oder in anderer Weise entfernt werden.

Die Anwendung verschiedener geschichteter oder in kommunizierenden Gefäßen befindlicher Flüssigkeiten ist bei der Herstellung von Kunstfäden zwar schon vorgeschlagen worden¹⁾. Indessen handelte es sich dort um zwei verschieden schnell wirkende Koagulationsflüssigkeiten, bei denen in vielen Fällen wegen ihrer Mischbarkeit eine Schichtung praktisch übrigens kaum durchführbar sein dürfte, nicht aber wie hier um die Anwendung einer Schicht aus einer zweiten indifferenter umhüllenden Flüssigkeit, welche ein Zusammenkleben der noch nicht vollständig fixierten Fäden hindern soll. Auch insofern bei den bekannten Verfahren Olein verwendet wird, handelt es sich dabei nur um dessen Benutzung als langsam wirkende Koagulationsflüssigkeit, auf deren Einwirkung noch eine Behandlung mit einer energisch wirkenden Fällflüssigkeit folgt, so daß eine Bildung einer Schutzhülle nicht eintreten kann, während bei vorliegendem Verfahren die Zersetzung des Ausgangsmaterials und die Ausscheidung der Zellulose im wesentlichen bereits beendet ist, wenn die Fäden in die Schicht aus Öl od. dgl. eintreten.

Das Verfahren läßt sich vorteilhaft zum Verspinnen von Viskoselösungen in verdünnter Schwefelsäure benutzen. Es war bisher nicht möglich, brauchbare Kunstseide aus Viskoselösungen durch Spinnen in verdünnter Schwefelsäure ohne Zusätze zu erhalten. Nach vorliegendem Verfahren wird die Viskose in reiner verdünnter Schwefelsäure koaguliert. Dann werden die Einzelfäden beispielsweise durch obenauf schwimmende Ölsäure hindurchgeführt, worauf man sie einige Zeit sich selbst überläßt, wodurch sie vollständig fixiert werden, ohne daß die Einzelfäden aneinanderkleben können. Das Öl, die Ölsäure oder die andere als Schicht benutzte Flüssigkeit kann man dann beispielsweise durch Waschen mit 1%iger Sodalösung oder mit einer lösend wirkenden

¹⁾ Siehe S. 191 u. ff.

organischen Flüssigkeit, wie z. B. Benzol, entfernen. Man erhält so ein Produkt, welches den bisher hergestellten überlegen ist.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher Fäden durch Hindurchführen der aus den Spindüsen heraustretenden Fäden durch verschiedene Flüssigkeiten, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden aus der Fällflüssigkeit, nachdem die Abscheidung der Zellulose aus dem Ausgangsmaterial und die Fadenbildung im wesentlichen beendet ist, in eine nicht oder wenig mit der Fällflüssigkeit mischbare indifferente Flüssigkeit gelangen, welche auf den Einzelfäden eine deren Zusammenkleben während der fixierenden Nachwirkung der ihnen noch anhaftenden Fällflüssigkeit verhindernde Hülle erzeugt, bis zu deren Bildung die Fäden getrennt gehalten werden.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Viskoselösungen in verdünnter Schwefelsäure oder anderen verdünnten Säurelösungen koaguliert und die erhaltenen Einzelfäden durch eine über oder unter der Fällflüssigkeit liegende Schicht einer indifferenten Flüssigkeit hindurchgeführt werden. (2 Zeichnungen.)

963. Dr. J. C. Hartogs, Arnhem, Holl. Verfahren und Vorrichtung zum Spinnen von Kunstseide, Stapelfaser, Filmen usw. aus Zellstofflösungen.

D.R.P. 391 291 Kl. 29a vom 25. 6. VI 1922 (Prior. Niederl. 1. VIII. 1921).

Es ist bekannt, zum Spinnen von Kunstseide usw. aus Zellstoff- und ähnlichen Lösungen die sog. Tophamschen Spinnvorrichtungen zu verwenden, welche aus einer Filtervorrichtung bestehen, die mit einem gewöhnlichen gläsernen Rohr, das die Spindüse trägt, versehen ist. Diese Spindüse kann verschiedene Stellungen hinsichtlich des Spinnrohres einnehmen, so daß der Faden die Spindüse sowohl senkrecht als wagerecht verlassen kann. Beide Arten Spinnrohre tragen jedoch nur eine Spindüse¹⁾. Auch ist es bei der Herstellung von Kollodiumkunstseide bekannt, auf einem Hilfsverteiler mehrere Düsen anzubringen, deren Fäden dann auf einer gemeinsamen Spule aufgewickelt werden, oder aber die Fäden mehrerer Hauptspinnrohre auf einem endlosen Bande zu einem Strang zusammenlaufen zu lassen, um nicht den einzelnen Faden, sondern den Strang weiter zu bearbeiten.

Diesem Bekannten gegenüber will vorliegende Erfindung die Fäden von zwei nebeneinanderliegenden Teilspindüsen zweier Hauptspinnrohre zu einem einzigen Faden vereinigen, so daß sich die Ungleichmäßigkeiten beider Hauptspinnrohre ausgleichen. Diese Teilung des Fadens eines Hauptspinnrohres geschieht so, daß man die Spinnflüssigkeit, welche durch eine Spinnpumpe mittels eines Hauptspinnrohres zugeführt wird, in z. B. zwei gleiche Teile über zwei Spindüsen (Teildüsen) verteilt und dann eine Teildüse eines Hauptspinnrohres mit einer Teildüse des benachbarten Hauptspinnrohres kombiniert. Die Spinnvorrichtung gemäß vorliegender Erfindung besteht aus einem z. B. gläsernen Hauptspinnrohr, das zwei oder mehr Seitenrohre trägt, welche letztere jedes für sich in einer Teilspindüse enden. So kann man z. B. das Zuleitungs-

¹⁾ Siehe S. 809.

rohr mit zwei Seitenröhren versehen, welche in entgegengesetzter Richtung verlaufen, so daß man eine Röhrenanordnung in T-Form erhält.

Fig. 390 stellt eine Anzahl solcher zusammengesetzter Spinnrohre dar, die rechts und links eine Teilspinndüse tragen. Jedes Hauptspinnrohr wird von einem besonderen Spinnpümpchen *F* bedient. Der Stand der Seitenrohre hinsichtlich eines anderen und hinsichtlich des Hauptrohres kann jedoch auch ein anderer sein. Man kann z. B. die beiden Verzweigungen nach oben umbiegen, so daß die Fäden in senk-

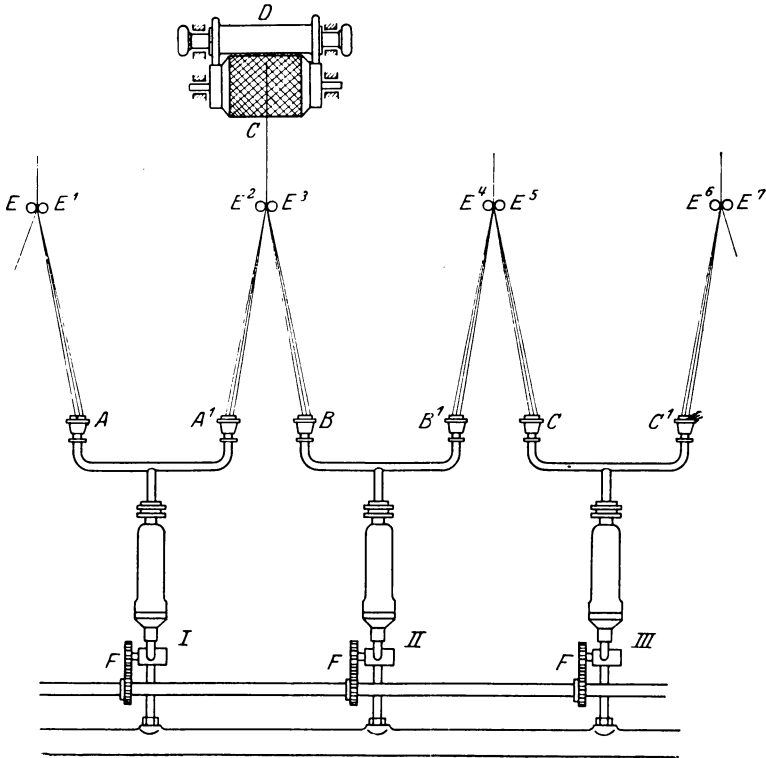


Fig. 390.

rechter Richtung die Spinndüse verlassen. Natürlich ist man nicht auf ein Anbringen von zwei Seitenröhren beschränkt, man kann auch eine größere Anzahl nehmen. Die Arbeitsweise mit dem zusammengesetzten Spinnrohr ist z. B. die folgende: *A*¹ und *B* stellen zwei nebeneinanderliegende Teilspinndüsen zweier benachbarter Spinnvorrichtungen *I* und *II* dar. Die Fäden dieser zwei Teilspinndüsen werden durch die Führungsvorrichtung *E*² *E*³ vereinigt und auf eine gemeinschaftliche Spule *C* aufgewickelt. Der auf diese Weise erhaltene Faden besteht also eigentlich aus zwei halben Fäden, von denen jeder mit der halben Anzahl Spinnlöcher eines Hauptspinnrohres gesponnen ist. Die andere Teilspinndüse der Spinnvorrichtung *II* wird auf dieselbe Weise mit der

nebenliegenden Teildüse der Spinnvorrichtung *III* usw. vereinigt. Zur Erhaltung gleicher Dicke der Fäden ist es nötig, eine Hilfsspule *D* anzubringen, welche zeitweise den Faden von einer der Teilspinndüsen z. B. *A*¹ übernimmt, wenn die andere Teilspinndüse *B* gereinigt wird, oder aus einem anderen Grunde zeitweilig außer Betrieb gesetzt werden muß. Diese Hilfsspule kann auf verschiedene Weise angebracht werden. Eine sehr einfache Aufstellung ist die, daß man die Spule lose auf die gewöhnliche Spule derart legt, daß die Achsenenden in zwei gabelförmig ausgeschnittenen, oben offenen Lagern ruhen, so daß die Spule durch die Spinnspule rundgedreht wird. Diese Vorrichtung hat den Vorteil, daß die Hilfsspule leicht eingesetzt und wieder herausgenommen werden kann.

Patentsprüche: 1. Verfahren zum Spinnen von Kunstseide, Stapelfaser, Kunststroh usw. aus Zellstofflösungen, dadurch gekennzeichnet, daß ein aus einer Teildüse (*A*¹) eines Hauptspinnrohres austretendes Gebilde mit einem aus der Teildüse (*B*) eines anderen Hauptspinnrohres austretenden Gebilde zusammengeführt wird und beide Gebilde zu einem einzigen Faden aufgewickelt werden.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Hauptspinnrohre, deren jedes durch ein Spinnpümpchen bedient wird, mit zwei oder mehreren die Teilspinndüsen tragenden Seitenrohren versehen sind und eine Führungsvorrichtung (*E*, *E*¹) zum Zusammenführen der aus der Teildüse der verschiedenen Hauptspinnrohre austretenden Gebilde angeordnet ist, von der die zu einem einzigen Erzeugnisse vereinigten Gebilde auf eine gemeinsame Aufwickelspule (*C*) aufgewickelt werden.

3. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine lose auf der gewöhnlichen Spule (*C*) liegende Hilfsspule (*D*) angebracht ist, welche dann einstellbar ist, wenn ein Teil eines Satzes zusammenarbeitender Teilspinndüsen zeitweilig außer Betrieb ist, und welche während dieser Zeit den Faden der anderen Teilspinndüse aufnimmt.

Nach Hübner.

964. J. Hübner, Cheadle Hulme, Chester. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Fäden aus Zellulose.

Brit. P. 14 599¹⁹¹⁰; franz. P. 431 112.

Die zu verarbeitende Flüssigkeit wird jedem Spinnkopf gesondert zugeführt; sie gelangt in ein offenes Gefäß und durch ein Filter und ein senkrecht weites Rohr unter konstantem Druck zu dem Spinnkopf. Unter dem Spinnkopf ist ein offener Trichter angebracht, dem die Fällflüssigkeit durch ein Rohr von oben her zugeführt wird, überschüssige Fällflüssigkeit wird durch ein ebenfalls am oberen Rande des Trichters angeordnetes Rohr abgeleitet. Die Fäden gehen über Leitwalzen durch verschiedene Bäder, in denen die Koagulierung vollendet wird und die Fäden gewaschen werden. Eine im letzten Bade angebrachte Walze hält die Fäden gespannt. Da die Zelluloselösung nur unter dem Druck einer gleichbleibenden Flüssigkeitssäule steht, erfolgt die Fadenbildung sehr regelmäßig. (1 Zeichnung.)

Nach Elsässer.

965. Dr. E. Elsässer, Langerfeld, Westf. Spinnmaschine für künstliche Fäden, bei der die Fäden nach Durchlaufen des Fällbades in Kreuzwicklung auf einen Haspel auflaufen.

D.R.P. 244 375 Kl. 29a vom 19. XI. 1910, übertragen auf J. P. Bemberg Akt.-Ges., Barmen-Rittershausen, (gelöscht).

Beim Spinnen künstlicher Fäden macht sich die Schwierigkeit geltend, daß der bei Beginn des Spinnens oder bei Fadenbruch aufgelegte Fadenanfang leicht wieder von der Spule abgleitet. Die Erfindung beseitigt diesen Übelstand dadurch, daß die Fäden mehrerer nebeneinanderliegender Spinnvorrichtungen auf einen gemeinsamen, zweckmäßig zusammenklappbaren, in die Fäll- oder Behandlungsflüssigkeit eintauchenden Haspel nebeneinander in Kreuzwicklung auflaufen, der sodann als Ganzes weiterbehandelt wird. Bei einem solchen großen, gemeinsamen, in die Flüssigkeit eintauchenden Haspel mit Kreuzwicklung kann man die Anfänge sämtlicher Fäden der nebeneinander angeordneten Spinndüsen mit einem Male auf die Mitte des Haspels auflegen, wo sie wegen ihrer großen Masse festhalten. Die Verteilung der Fäden auf die einzelnen Stellen des Haspels, wo sie sich aufwickeln sollen, erfolgt dann selbsttätig durch den Zug und die Kreuzwickelbewegung des Haspels.

Patentanspruch: Spinnmaschine für künstliche Fäden, bei der die Fäden nach Durchlaufen des Fällbades in Kreuzwicklung auf einen Haspel auflaufen, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden mehrerer nebeneinanderliegender Spinnvorrichtungen auf einen gemeinsamen, in die Fäll- oder Nachbehandlungsflüssigkeit eintauchenden Haspel nebeneinander in Kreuzwicklung auflaufen, der sodann als Ganzes weiterbehandelt wird. (1 Zeichnung.)

Nach Müller und Gebr. Franke.

966. O. Müller, Köln a. Rh., und Gebr. Franke, Chemnitz. Verbesserung an Spinnmaschinen für künstliche Fäden.

Brit. P. 4078¹⁹¹¹; franz. P. 450 696; belg. P. 251 000; D.R.P. 257 237 Kl. 29a vom 4. IX. 1910 (gelöscht).

Die Erfindung bezieht sich auf eine besondere Art der Bewicklung der Spulen. Die aus den Spinnöffnungen *a* (Fig. 391) austretenden Fäden gelangen über den hin und her gehenden Fadenführer *c* auf die Spulen *d*, die durch Zahnräder in Umdrehung versetzt sind. Der Fadenführer erhält durch die Hubscheibe *e* eine Bewegung, die die Spulen an den Enden stärker bewickelt als in der Mitte. Die Hubscheibe *e* wird von dem Antrieb der Spulen in Umdrehung versetzt, der Ring der Hubscheibe läuft zwischen den Rollen *e*¹ und *e*² (Fig. 392), welche auf der den Fadenführer *c* hin und her bewegenden Stange *b* sitzen. Der Faden wird in Kreuzwindungen auf den Spulen abgelegt, die Spulen bewegen sich schneller, wenn der Faden auf den Enden aufläuft, als wenn die Mitte der Spulen bewickelt wird. Vor den Fadenführer kann eine von dem Antriebsmechanismus der Spulen in Umdrehung versetzte Zwirnvorrichtung eingeschaltet werden. Ist eine Spule voll bewickelt, so

wird der Spulenträger so gedreht, daß eine leere Spule an die Stelle der vollen tritt. Als Vorteil der neuen Art der Spulenbewicklung wird hervorgehoben, daß sie beim Behandeln der Spulen mit Flüssigkeiten eine gleichmäßige Einwirkung gestattet.

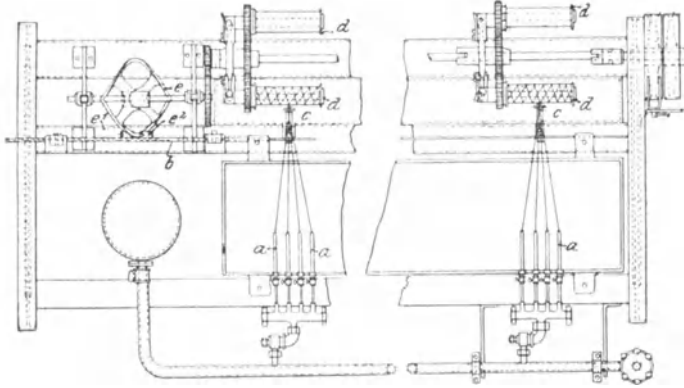


Fig. 391.

Der Anspruch des D.R.P. lautet:

Spinnmaschine für Kunstfäden, bei der die aus den einzelnen Düsen der Spinnvorrichtung austretenden Einzelfäden entweder unmittelbar oder nach Durchgang durch eine Zwirnvorrichtung mittels eines hin und her bewegten Fadenführers als Fadenbündel in Kreuzwindungen auf Spulen geführt werden, dadurch gekennzeichnet, daß eine einzige entsprechend geformte Hubscheibe (e) die Fadenführer (c) an den Enden der Spule schneller bewegt als in der Mitte, so daß die Spule eine bauchige Form annimmt.

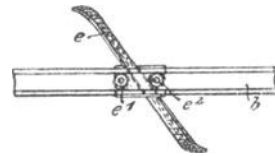


Fig. 392.

967. O. Müller, Köln a. Rh., und Gebr. Franke, Chemnitz. Verbesserungen an Spinnmaschinen für künstliche Fäden.

Brit. P. 2222¹⁹¹².

Die Maschine ist gebaut wie die vorstehend geschilderte. Die Neuerung bezieht sich auf die Anordnung der Spulenträger. Sie sitzen beweglich auf Zapfen und werden durch Federn in ihrer Lage festgehalten. Durch Schwenken können sie außer Eingriff mit dem sie antreibenden Zahnrad gebracht werden, wenn sie ausgewechselt werden sollen. (2 Zeichnungen.)

Nach Pellerin.

968. A. Pellerin. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung fadenartiger oder häutiger Gebilde aus Zellulose.

Franz. P. 442 022; brit. P. 7562¹⁹¹³; schweiz. P. 64 190; D.R.P. 271 215 Kl. 29a vom 30. III. 1913 (gelöscht), (Prior. Frankr. 1. IV. 1912); belg. P. 255 192; Ver. St. Amer. P. 1 184 206.

Das Verfahren besteht darin, daß man eine Lösung von Zellulose unter Druck durch eine große Anzahl feiner Öffnungen in einen Strom

von Koagulier- und Fällflüssigkeit austreten läßt, dessen Geschwindigkeit im Verhältnis zu der der Zelluloselösung man so einstellt, daß die Fäden im Maße ihrer Entstehung weggeführt werden. Gibt man der Fällflüssigkeit eine größere Geschwindigkeit als den Strahlen der austretenden Zelluloselösung, so werden die Fäden etwas ausgezogen und man kann sie sehr fein machen. Das Verfahren bietet noch den Vorteil, daß es dauernd alle in Freiheit gesetzten oder gefällten Stoffe wegführt, so daß die Fäden in einem dauernd erneuerten und reinen Medium

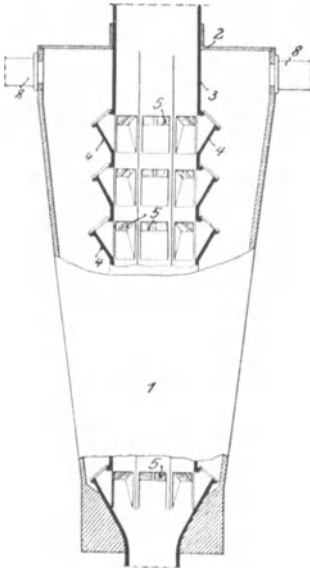


Fig. 393.

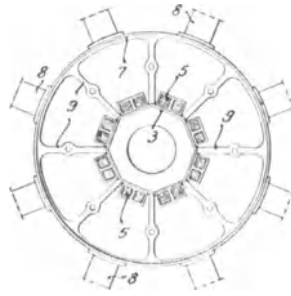


Fig. 394.

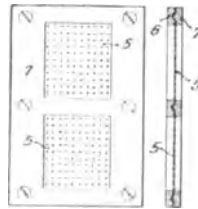


Fig. 395.

gebildet werden, es ermöglicht, zu einem billigen Preise große Mengen fadenartiger oder häutiger Zellulosegebilde herzustellen, die versponnen oder für die Herstellung von Kunstseide usw. weiter gereinigt werden können. In der Zeichnung stellt Fig. 393 einen senkrechten, Fig. 394 einen wagrechten Schnitt durch die Vorrichtung dar, Fig. 395 sind Einzelheiten der Spinndüsen in Ansicht und Schnitt. Die Vorrichtung besteht aus einem kegelförmigen Behälter 1, der mit einem Deckel 2 und einem herausnehmbaren zentralen Rohr 3 versehen ist. Um das Rohr 3 ist im rechten Winkel eine große Anzahl geneigter Röhren 4 angeordnet. Auf der Öffnung jeder dieser Röhren 4 ist, wie aus Fig. 395 ersichtlich ist, zwischen den Rahmen 6 und 7 eine Platte 5 mit den Spinnöffnungen angeordnet. Die Platte 5 ist vorzugsweise aus Platin und trägt eine große Zahl feiner Öffnungen. Die gegeneinander gerichteten Flächen der Rahmen 6 und 7 können mit feinen Rillen oder Vertiefungen versehen sein, damit die Platte 5 festgehalten wird. Der Behälter 1, das Rohr 3 und die Ansätze 4 werden vorteilhaft aus Nickel hergestellt und in geeigneter Weise dichtgemacht. Die Zelluloselösung

wird unter einem Drucke von einigen Kilogrammen auf den Quadrat-zentimeter durch mehrere Rohre 8 in den Behälter 1 eingeführt. Der Behälter 1 ist durch Scheidewände 9 in einzelne Abteilungen geteilt, deren jede für sich abgeschlossen und außer Betrieb gesetzt werden kann. Das zentrale Rohr 3 ist oben mit dem Behälter für die Fäll- und Koagulierflüssigkeit verbunden und enthält am unteren Ende eine Einrichtung zum Auffangen der erzeugten Gebilde. Wenn der Apparat arbeitet, so fließt die Zelluloselösung mit erhöhter Geschwindigkeit durch die feinen Öffnungen in Form außerordentlich zahlreicher Fäden, die sofort durch die die Röhre 3 durchströmende Flüssigkeit gefällt und koaguliert werden. Die Fäden bilden in der Flüssigkeitssäule eine zylindrische Lage, die mit der Flüssigkeitssäule weggeführt wird. Durch geeignete Einstellung der beiden Flüssigkeitsströme kann man die Zellulosegebilde feiner ausziehen. Verwendet man in der Platte 5 statt der runden Löcher feine Schlitze, so erhält man Zellulosehäutchen.

Die Ansprüche des D.R.P. lauten:

1. Vorrichtung zur Herstellung von Fäden oder häutchenartigen Gebilden aus Zellulose durch Einspritzung einer Zelluloselösung durch feine Öffnungen in einen Strom der Fällflüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß die für die Einspritzung der Zellulose bestimmten feine durchlöcherten Platten in mehreren Kränzen um die Wandung einer Röhre gelegt sind, durch welche die Fällflüssigkeit hindurchgeht, wobei diese Platten mit Bezug auf diese Röhre in den Höhlungen oder Rohrstutzen, welche um die Röhre gelegt sind, derart schief angeordnet sind, daß eine beträchtlich große Anzahl von Fäden gleichzeitig in einem und demselben Strom gebildet werden kann.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fadenbildner, welche um die Röhre herumgelagert sind, in mehreren Gruppen verteilt sind, die jede für sich mit einem besonderen und geschlossenen Zuführungsbehälter für die Zelluloselösung verbunden ist, derart, daß eine oder mehrere Gruppen der Fadenbildner außer Wirkung gebracht werden können.

Nach Ping und Schubert.

969. H. J. Ping, Manchester, und F. W. Schubert, Middleton. Verbesserung in der Herstellung von Fäden aus viskosen Flüssigkeiten oder Lösungen.

Brit. P. 22 635¹⁹¹¹.

Die Erfindung arbeitet mit zwei verschiedenen, langsam und schnell fallenden Flüssigkeiten, die miteinander unmittelbar in Berührung sind und in einem Fällzylinder barometerartig gehalten werden. Der Trog *a* (Fig. 396) enthält die langsam wirkende zweite Fällflüssigkeit, die durch den Hahn *b* zugeführt wird. Der Fällzylinder *c* ist an seinem oberen Ende luftdicht abgeschlossen, durch Schließen des Rohres *o* und Saugen an dem gegenüberliegenden Rohre *p* wird der Zylinder *c* bis etwa zur Linie *q* mit Flüssigkeit aus dem Troge *a* gefüllt. Die rasch wirkende, erste Fällflüssigkeit wird durch das Rohr *o* zugeführt. Die Zuführung

der zu verspinnenden Lösung geschieht durch die Brause h , die durch den Hahn n abgesperrt werden kann. Die gebildeten Fadenbündel werden über die Leitwalze z oder den Stab z' und die Streckvorrichtungen s , t geleitet, die an Armen u , v sitzen, und gelangen dann über den Fadenführer y nach der Aufwickelwalze w . Die durch die zweite Fällflüssigkeit abwärts gehenden Fäden nehmen Fällflüssigkeit mit nach unten, es zieht sich dadurch aus dem Troge a dieselbe Flüssigkeit wieder nach oben, und es wird auf diese Weise immer frische zweite Flüssigkeit an den

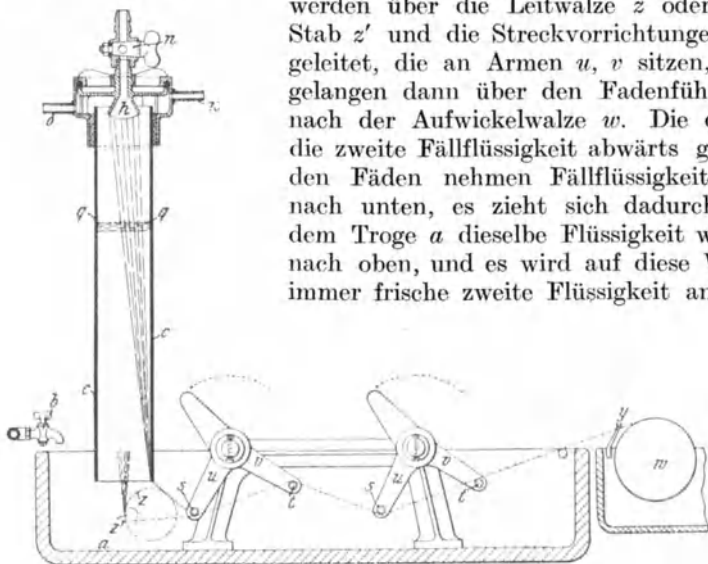


Fig. 396.

Punkt geführt, wo die Fäden in die zweite Flüssigkeit eintreten. Durch diese Bewegung der zweiten Fällflüssigkeit wird auch dem Bestreben der ersten Flüssigkeit entgegengewirkt, mit den Fäden nach unten zu gehen.

Nach Mewes.

970. R. Mewes, Berlin. Verfahren zur Herstellung künstlicher voller oder hohler Seidenfäden aus plastischer Masse.

D.R.P. 252 841 Kl. 29a vom 20. X. 1910 (gelöscht).

Das Wesen der Erfindung besteht gegenüber den bekannten Verfahren darin, daß die Fäden nicht lediglich durch Druck aus einer Düse gespritzt und dann durch Haspeln ausgesponnen werden, sondern darin, daß beim Ausspritzen zugleich ein Walzen der plastischen Masse erfolgt, aus welcher der künstliche Seidenfaden gebildet wird. Dies Durchwalzen der Seidenfädenmasse durch feine, von den Walzen gebildete Rillen gewährt die Annehmlichkeit, daß die zu bearbeitende Masse infolge der Drehung der Walzen durch die feine Öffnung hindurchgezogen und daher mit erheblich geringerem Spritzdruck gearbeitet werden kann. Dies gewährleistet aber wieder eine Erzeugung in großen Mengen ohne technische Schwierigkeiten. Außerdem kann man das Walzen mehrmals hintereinander mit stetig kleiner werdender Öffnung, also mit stetig abnehmender Dicke des Fadens unter Ausziehen von einem zum anderen aufeinander folgenden Walzenpaare, deren Durchmesser entweder entsprechend zunehmen können oder deren Drehgeschwindigkeit bei gleich-

bleibendem Walzendurchmesser entsprechend vergrößert wird, vornehmen. Die einzelnen Walzen der Walzenpaare erhalten je nach der Zahl der herzustellenden Fäden eine oder mehrere sich unmittelbar gegenüberliegende halbringförmige Rillen, zwischen denen für die Herstellung von Hohlfäden eine feine Nadel liegen kann, so daß ein runder Faden entstehen muß, wenn die plastische Masse durch Drücken und Walzen durch die feine zwischen den Walzen vorhandene ringförmige Öffnung getrieben wird.

Eine Einrichtung zur Ausführung obigen Verfahrens ist in der Zeichnung in Fig. 397 im Querschnitt dargestellt, während Fig. 398 eine Walze in Ansicht zeigt. Es bedeuten *a* und *b* die mit Rillen versehenen Walzen, *c* das an letztere sich eng anschließende Gehäuse, *d* die plastische Masse, welche bei *e* gegebenenfalls unter Druck eintritt, und *f* den entstandenen Faden. Der Vorgang ist folgender: Die zu verarbeitende Masse gelangt bei *e* gegebenenfalls unter Druck in den Behälter *c*, wo sie in die Rillen der Walzen gepreßt und bei deren Drehung als Faden herausgezogen wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher voller oder hohler Seidenfäden aus plastischer Masse, dadurch gekennzeichnet, daß die plastische Masse durch Öffnungen, welche von gegenüberliegenden Rillen eines oder mehrerer Walzenpaare gebildet sind, gespritzt und gleichzeitig zu Fäden gewalzt wird, welche alsdann in bekannter Weise aufgehspelt und weiterverarbeitet werden.

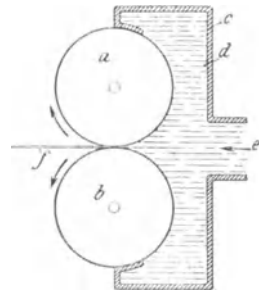


Fig. 397.



Fig. 398.

Nach Whritner.

971. H. C. Whritner, New York. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 155 777.

Die Zuführungsrohre für die Spinnlösung endigen in ballonartig aufgetriebenen Glasansätzen, an welchen fingerartig Ansätze mit den Spinndüsen sitzen. Die die Spinndüsen tragenden Glasballons können um ihre Achse gedreht werden, so daß sofort mit dem Fadenaustritt eine Zwirnung erfolgt. (Zeichnungen.)

Nach Althouse.

972. C. S. Althouse, Reading, Penns. Vorrichtung zur Herstellung von Fäden.

Ver. St. Amer. P. 1 202 766.

Aus einem Vorratsbehälter 1 (Fig. 399) geht die Zelluloselösung über ein Ansatzstück 2 nach dem Zentrifugalseparator 3, der dazu dient,

etwa vorhandene Verunreinigungen zu entfernen, ohne den Druck zu verändern. Über ein weiteres Ansatzstück 4 geht die Spinnlösung nach der Spinndüse 5. Sie befindet sich in einem Trichter 6, dem die Fällflüssigkeit durch das Rohr 8 zugeleitet wird. Um den Trichter 6 ist ein weiterer Trichter 11 angeordnet, den der aus dem ersten Trichter austretende Faden durchläuft. Der Abfluß aus dem zweiten größeren Trichter wird so eingestellt, daß er mehr beträgt, als in den zweiten Trichter aus dem ersten abläuft. Dadurch wird auf den Faden während seines Durchganges durch den zweiten Trichter ein Zug ausgeübt. Der Faden wird schließlich auf die Spule 15 aufgewickelt.

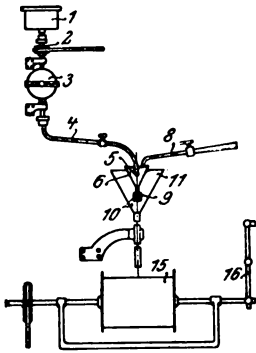


Fig. 399.

Nach Thilmany.

973. A. Thilmany, Godesberg. Verfahren zum Ausfällen und Reinigen von Kunstseidelösungen.

D.R.P. 324 334 Kl. 29b vom 14. IX. 1919 (gelöscht).

Es ist bekannt, die Eigenschaft konvektiver Entladungsströme, z. B. einer Influenzmaschine, gebündelte Papier- oder Haarfaser aus einanderzuspreizen, dazu zu benutzen, z. B. einen Kollodiumstrahl durch das Feld derartiger konvektiver Ströme fallen zu lassen, wobei das Lösungsmittel rasch verdunstet und das Kollodium in einzelne Fasern zerteilt wird, welche dann wie Kunstseidefäden behandelt werden¹⁾. Es ist ferner bekannt, fertige, aber noch nicht gereinigte Kupferseide in saurem Bade der Elektrolyse zu unterwerfen, um sie zu reinigen, wobei das Kupfer an der Kathode niedergeschlagen wird²⁾. Bei vorliegender Erfindung spritzt man Kunstseidelösungen beliebiger Art, z. B. Kupferoxydammoniakzellulose, Viskose, Acetylzellulose usw., in ein Bad nur eben angesäuerten Wassers. Die Ansäuerung geschieht nur zum Zweck der besseren Stromleitung, kann aber durch eine schwache Lösung eines entsprechenden Salzes ersetzt werden. In dieses Bad tauchen entsprechend gewählte Elektroden, und zwar dergestalt, daß die Düse zwischen den Elektroden liegt, also im Felde des primären elektrischen Stromes. Die Elektroden können aus Metall, Graphit, Kohle u. dgl. hergestellt sein, auch kann die Düse selbst oder Teile davon oder ihre Zuleitungsrohre oder die Wandung des Gefäßes als Anode ausgebildet sein. Die Stromdichte richtet sich nach den Verhältnissen und der Art des verwendeten Bades, desgleichen die Spannung. Die Fällung selbst erfolgt anscheinend infolge Wanderung des Ionen. Der gefällte, d. h. oberflächlich koagulierte Faden wird im weiteren Verlauf weiter gehärtet und gleichzeitig von seinen Salzen befreit, die zerlegt zur Kathode wandern. Der Faden geht nun noch durch die Waschwässer

¹⁾ Siehe S. 765. — ²⁾ Siehe S. 346.

sowie sonst etwa gewünschte Bäder und kann alsdann fertig gemacht werden.

Patentanspruch: Verfahren zum Ausfällen und Reinigen von Kunstseidelösungen aller Art, dadurch gekennzeichnet, daß man die üblichen Lösungen in ein Bad aus nur schwach angesäuertem Wasser oder einer schwachen Salzlösung durch Düsen einspritzt, welche zwischen zwei Elektroden angeordnet sind, worauf man den gefällten oder oberflächlich koagulierten Faden durch Einwirkung desselben Stromes härtet und reinigt.

**Nach Gebr. Aschaffenburg, Chr. Dierig G. m. b. H. und Feldmühle,
Papier- und Zellstoffwerke A.-G.**

**974. Gebr. Aschaffenburg, München-Gladbach, Chr. Dierig G. m. b. H.,
Oberlangenbielau, und Feldmühle, Papier- u. Zellstoffwerke A.-G., Stettin.
Spinn- und Spulvorrichtung für Kunstfäden.**

D.R.P. 334 464 Kl. 29a vom 25. IV. 1920 (gelöscht).

Bei den bekannten Spinnvorrichtungen geschieht das Aufspulen in der Weise, daß die aus Düsen oder Sieben austretenden Spinnmassen nach einem hin und her gehenden Führungsauge geleitet werden. Dies hat den Nachteil, daß der Abstand zwischen den ruhenden Düsen und dem wandernden Führungsaugē sich ändert, wodurch die nassen Fäden leicht reißen. Ferner wird die Lage der einzelnen Fäden zueinander geändert, so daß es vorkommt, daß Fäden aufeinander liegen oder sich verkleben. Ferner wird die Zusammensetzung des Fällbades in der nächsten Nähe der Düse durch Diffusion zu langsam ausgeglichen, was zur Folge hat, daß das Spinnen in unregelmäßiger Weise vor sich geht. Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß die Düsen bzw. Siebe in der gleichen Richtung und mit der gleichen Geschwindigkeit hin und her bewegt werden, wie die Führungsaugen, welche mit den Düsen starr verbunden sind. Auf diese Weise wird erreicht, daß die aus den Düsen austretenden Fäden immer in gleicher Richtung verlaufen, daß also ein Übereinanderliegen und Verkleben ausgeschlossen ist, daß ferner kein wechselnder Zug auf die Fäden ausgeübt wird. Ferner wird durch die Bewegung der Düsen erreicht, daß die austretenden Fäden immer in frisches Medium gelangen, da die wandernden Düsen die austretenden Fäden an eine andere Stelle des Fällbades bringen. Das Düsenrohr und die Führungsvorrichtung sitzen an einem hin und her beweglichen Rahmen, während dazwischen in einem feststehenden Behälter das Fällbad untergebracht ist.

Patentansprüche: 1. Spinn- und Spulvorrichtung für Kunstfäden, insbesondere für Kunstseidefäden, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen bzw. Siebe in starrer Verbindung mit dem Fadenführungsaugē stehen und sich gleichmäßig mit diesem hin und her bewegen.

2. Ausführungsform nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Düsenrohr und die Führungsvorrichtung an einem hin und her beweglichen Rahmen sitzen, während dazwischen in einem feststehenden Behälter das Fällbad untergebracht ist. (2 Zeichnungen.)

Nach Fahrenheit.

975. H. Fahrenheit, Siegburg. Vorrichtung zur Erzeugung von stark gekräuselten Zellulosespinnfasern.

D.R.P. 346 831 Kl. 29b vom 21. VIII. 1919 (gelöscht).

Es ist bekannt, daß die auf verschiedene Art und Weise gewonnenen künstlichen Spinnfasern, welche unter die Bezeichnung „künstliche Seide“ fallen, sehr glatt und „mager“ sind, und daß sie daher bei der weiteren Verarbeitung verhältnismäßig dichte Fäden sowie spezifisch schwere Stoffe liefern. Es ist ferner bekannt, daß man solchen künstlichen Spinnfasern eine unregelmäßige oder gewellte Form geben kann, wenn man die Spinnmasse aus schlitzförmigen oder anderen von der Kreisform abweichenden Öffnungen austreten läßt, oder wenn man sie nach dem Austritt aus kreisrunden Öffnungen gegen irgendwie geformte Flächen laufen läßt oder sie mit einem besonders erzeugten Luftstrom in das Fällbad leitet. Die vorliegende Erfindung erreicht dagegen eine sehr starke Kräuselung und infolgedessen eine hohe Füllkraft der Fäden bei jeder beliebigen Düsenform und ohne Einwirkung irgendwelcher Reibungsflächen oder besonders erzeugter Luftströme ausschließlich dadurch, daß die Spinnflüssigkeit unter angemessen hohem Druck aus den nahe über dem Spiegel des Fällbades angebrachten Düsen in dieses gespritzt wird und selbsttätig in das Fällbad Luft mitreißt.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Erzeugung von stark gekräuselten Zellulosespinnfasern durch Einspritzen der Spinnflüssigkeit unter angemessen hohem Druck mittels Düsen in das Fällbad unter selbsttätigem Mitreißen von Luft in das Fällbad, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsen nahe über dem Spiegel des Fällbades angebracht sind.

Nach Claviez.

976. E. Claviez, Adorf i. Vgtl. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus dem aus Lösungen von Nitrozellulose, Zellulose oder Derivaten der Zellulose bestehenden Vorprodukt der Kunstseide.

D.R.P. 347 994 Kl. 29b vom 8. VI. 1918 (gelöscht); brit. P. 147 585; franz. P. 517 957; österr. P. 91 984.

Nach der Erfindung werden dem breiigen Vorprodukt vor dem Hindurchdrücken durch die Spinn­düsen pflanzliche oder tierische Faserstoffe einverleibt. Diese Faserstoffe besitzen in dem Fertigprodukt noch ihren selbständigen Charakter, sie vereinigen sich nicht mit dem Vorprodukt der Kunstseide zur Bildung eines einheitlichen Gemisches von homogener Struktur, sondern zur Bildung eines neuen Erzeugnisses, in welchem die zugesetzten Fasern noch deutlich erkennbar sind. Durch die beigemengten Gespinnstfasern wird der Charakter des gewonnenen Fadens od. dgl. gegenüber den bekannten Kunstseidefäden geändert. Man erhält ein Produkt, das sich durch große Festigkeit auszeichnet und die mannigfaltigsten Verwendungsmöglichkeiten eröffnet. Natürlich muß der Durchmesser der Düsen so gewählt werden, daß sich auch die Gespinnstfasern durch sie hindurchdrücken lassen. Die Einverleibung der

Gespinnstfasern steht der Streckung des Fadens im Fällbad nicht entgegen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Fäden aus dem aus Lösungen von Nitrozellulose, Zellulose oder Derivaten der Zellulose bestehenden Vorprodukt der Kunstseide, darin bestehend, daß dem in breiigem Zustande befindlichen Vorprodukt Gespinnstfasern beliebigen Ursprungs einverleibt werden und das in dieser Weise bereicherte Vorprodukt durch Düsen passenden Durchmessers unter Wasser oder in geeignete Fällbäder hindurchgedrückt wird und die entstehenden Fäden nötigenfalls gestreckt werden.

Eine andere Art der Fadenbildung behandelt das österr. Pat. 88 283 desselben Erfinders.

Nach Kitsee.

977. I. Kitsee, Philadelphia. Verfahren und Mittel zur Herstellung künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 389 517, angem. 20. XII. 1919, ert. 30. VIII. 1921.

Auf den erzeugten Faden wird, während er durch das Koagulierungsbad geht, ein Druck ausgeübt. Nach der Zeichnung wird der Faden im Fällbad zwischen Walzen hindurchgeleitet.

Nach Jentgen.

978. H. Jentgen, Berlin-Südende. Maschine zur Herstellung von Kunstfäden aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 368 567 Kl. 29a vom 30. X. 1920.

Das Arbeiten mit Spulen, Bobinen usw. auf sog. Bobinenspinnmaschinen hat den Nachteil, daß auf die einzelnen Wickelwalzen, Spulen oder Bobinen nur wenig aufgewickelt werden kann, und daß das Zwirnen in einem besonderen Arbeitsgang mit besonderen Vorrichtungen erfolgen muß. Bei den Spinntopfmaschinen treten diese Nachteile nicht auf, dagegen ist die Herstellung feiner Fäden insofern erschwert, als große Mengen Abfall hierbei entstehen. Man ist deshalb genötigt, sofern man den Abfall vermeiden will, bei der Herstellung feinerer Fäden Bobinenspinnmaschinen zu verwenden. Da es aber im praktischen Betriebe unzumutbar ist, zweierlei Spinnmaschinen zu verwenden, so hat die Spinntopfmaschine trotz sonstiger Vorzüge nur wenig Eingang in die Praxis gefunden. Gegenstand der Erfindung ist nun eine Einrichtung, die gestatten soll, auf einer Maschine wahlweise mit Spulen oder in einen Spinntopf zu spinnen. Hierdurch wird erreicht, daß, wenn z. B. feinere Fäden auf Bobinen gesponnen werden sollen, die Spinntopfmaschinen nicht außer Betrieb zu sein brauchen, oder umgekehrt, und vermieden, daß zweierlei Maschinen im Betrieb aufgestellt werden müssen. Die Einrichtung kann auch so gestaltet werden, daß an Stelle der bei den Spinntopfmaschinen üblichen Leitwalze oder der Leiträder abnehmbare Bobinen angeordnet werden.

Patentansprüche: 1. Maschine zur Herstellung von Kunstfäden aus Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß dieselbe sowohl mit wahlweise nur als Führungswalzen dienenden Aufwickelspulen als

auch mit Spinntöpfen versehen ist, um je nach der Fadendicke wahlweise mit dem einen oder anderen Hilfsmittel arbeiten zu können.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an Stelle der Leitwalzen oder Leiträder abnehmbare Wickelspulen angeordnet sind.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen den Leitwalzen bzw. den Leiträdern und dem Spinntrichter des Spinntopfes abnehmbare Bobinen angeordnet sind.

(3 Zeichnungen.)

Nach Worms.

979. M. Worms. Vervollkommnungen an Vorrichtungen zur Herstellung von Zellulosefäden für die Fabrikation von Kunstseide und ähnliche Anwendungen.

Franz. P. 537 162 vom 9. VI. 1921 (Prior. England 19. VII. 1920).

Die Erfindung betrifft eine Kunstfädenspinnmaschine, bei der die Spinnflüssigkeit aus drehbaren Düsen in die Fällflüssigkeit gespritzt und aus dieser auf Spulen aufgewickelt wird. Die Düse mit dem daran angeordneten Filter erhält ihre Achsendrehung durch eine auf ihrer Achse sitzende Antriebsscheibe, die von einem längs der ganzen Düsenreihe laufenden, endlosen Riemen bewegt wird. Der das Filter tragende Düsenkörper ist um seinen für den Durchtritt der Spinnflüssigkeit durchbohrten Lagerzapfen schwenkbar angeordnet, so daß durch Schwenken die Düse aus der Fällflüssigkeit herausgebracht wird und gleichzeitig hierdurch die Antriebsscheibe von dem endlosen Riemen abgehoben wird, wodurch die Umdrehung der Düse aufhört. Es ist ferner eine Vorrichtung vorhanden, die ermöglicht, die Umdrehung der Düse auch dann aufzuheben, wenn sich die Düse in Arbeitsstellung befindet, d. h. in der Fällflüssigkeit eingetaucht bleibt. Hierzu dient eine Andrückrolle, die für gewöhnlich den endlosen Riemen gegen die Antriebsscheiben drückt. Diese Andrückrolle kann durch einen Exzenter von dem endlosen Riemen abgehoben werden, wodurch die Düse stillgesetzt wird.

Die bei der Spinnmaschine verwendeten Pumpen sind Rotationspumpen, die verschwenkbar angebracht sind, so daß durch ihr Verschwenken das Antriebszahnrad entkuppelt und somit die Pumpe stillgelegt wird. (Zeichnungen.)

Nach Nederlandsche Kunstzijdefabriek.

980. N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Arnhem, Holl. Spinnvorrichtung für Kunstfäden.

D.R.P. 387 301 Kl. 29a vom 8. IX. 1922 (Prior. Niederl. 8. X. 1921).

Es ist bekannt, beim Spinnen künstlicher Fäden, wie Kunstseide, Stapelfaser usw., und auch von Kunststroh, Filmen usw. aus Zellstofflösungen u. dgl., das gewonnene Produkt auf Spulen oder Haspel aufzuwickeln und es danach einer weiteren Behandlung zu unterwerfen. Diese Aufwicklung geschieht in bekannter, regelmäßiger Weise dadurch, daß der Faden oder das Bändchen mittels eines hin und her gehenden

Fadenführers, welcher letzterer durch eine Vorrichtung, die sog. „Changierung“ bewegt wird, auch eine hin und her gehende Bewegung vor der Spule oder dem Haspel erhält, wodurch die Kreuzwicklung entsteht. Diese Fadenführer können verschiedene Gestalten haben; meistens bestehen sie aus einem Glas- oder Ebonitstäbchen, das mit einem Auge versehen ist, durch welches der Faden hindurchläuft. Bei dieser Anordnung ist die Spinnvorrichtung jedoch meist unbeweglich.

Diese Arbeitsweise hat einen Nachteil, den die Verwendung von Fadenführern im allgemeinen mit sich bringt, nämlich die Reibung, der das neu gesponnene oft noch weiche Produkt in diesen Fadenführern ausgesetzt ist. Bei Kunstfäden wie Kunstseide gibt dies Veranlassung zu Fäden, welche in gewisser Hinsicht minderwertig sind, während bei Kunststroh und anderen bandförmigen Produkten zudem noch ein Zusammenklappen oder Aufrollen der gesponnenen Bändchen hinzu-

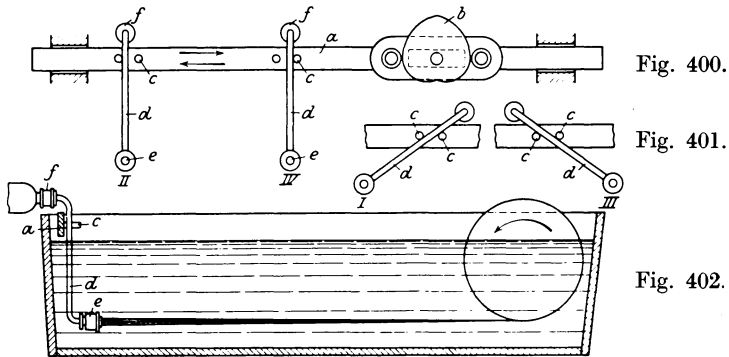


Fig. 400.

Fig. 401.

Fig. 402.

kommt, wodurch die Beschaffenheit dieser Produkte sehr nachteilig beeinflusst wird. Besser ist es deshalb gar keinen Fadenführer zu verwenden. Vorliegende Erfindung ermöglicht nun eine gute Kreuzwicklung (Changierung) ohne Fadenführer zu bekommen dadurch, daß man der Spinnvorrichtung oder einem Teil davon eine hin und her gehende Bewegung erteilt. — Fig. 400 stellt die Vorrichtung in Vornansicht dar; Fig. 401 gibt zwei besondere Stellungen eines Spinnrohres, Fig. 402 einen Durchschnitt durch die ganze Spinnvorrichtung.

a ist ein Stab, welcher mittels eines Exzenters *b* oder einer ähnlichen Vorrichtung eine hin und her gehende Bewegung erhält. An diesem Stabe *a* sind für jedes Spinnrohr zwei Stifte *c* angebracht, welche z. B. aus Eisen oder einem anderen mit Gummi oder dgl. bekleideten Stoff bestehen. Auch kann man diese Stifte mit Rollen versehen und verstellbar machen. Diese Stifte nehmen bei ihrer hin und her gehenden Bewegung das Spinnrohr *d*, welches um *f* drehbar ist und die Spinndüse *e* trägt, mit. Der beiderseitige Abstand der beiden Stifte *c* eines jeden Stiftpaares ist so gewählt, daß das Spinnrohr *d* bei seinem äußersten Stande (Stand *I* und *III* der Fig. 401) noch ohne Reibung dazwischen paßt, so daß bei den senkrechten Stellungen (*II* und *IV* der Fig. 400) nur einer der Stifte gegen das Spinnrohr drückt und dieses fortbewegt.

Auf diese Weise erhält die Spinndüse *e* in der Flüssigkeit eine hin und her gehende Bewegung, an der sich auch der gesponnene Faden beteiligt, so daß die Kreuzwicklung ohne weiteren Fadenführer zustande kommt. Die Größe des Seitenausschlages und somit die Breite der aufgewickelten Spule kann während des Spinnens leicht geregelt werden dadurch, daß man das Spinnrohr *d* höher oder niedriger stellt; eine etwaige Reinigung ist dadurch zu bewerkstelligen, daß man das Rohr zwischen den Stiften auszieht.

Patentanspruch: Spinnvorrichtung für Kunstfäden, Kunststroh, Filme usw. aus Zellstofflösungen usw. mit zur Fadenlegung hin und her beweglicher Düse, dadurch gekennzeichnet, daß unter Weglassung einer besonderen Fadenführung zwischen Düse und Aufwickelspule die Düse an einem um einen Drehpunkt (*f*) schwenkbaren und zur Regelung des Ausschlages in der Höhe verstellbaren Spinnrohr (*d*) angeordnet ist.

Nach Dynamit A.-G. und Medenwald.

981. Dynamit A.-G. vorm. A. Nobel & Co., Hamburg, und Dr. Medenwald, Krümmel. Vorrichtung zur Herstellung von offenen, ungezwirnten Fäden oder Bändchen aus Zelluloselösungen.

D. R. P. 390 139 Kl. 29a vom 17. IX. 1922.

Die Herstellung von Kunstfäden oder -bändchen u. dgl. erfolgt gewöhnlich derart, daß eine Zelluloselösung durch Düsen in ein Fällbad gepreßt und das entstandene Gebilde mittels einer Aufwickelvorrichtung wie Haspel, Spinnkopf oder Schleuder, welche zugleich die Abzugsgeschwindigkeit regelt, aufgewickelt wird. Um die Fäden innerhalb und außerhalb des Bades in einer bestimmten Richtung zu halten und ihnen eine Führung zu geben, werden die entstandenen Zellulosegebilde über Fadenführer oder über Glasstäbe oder Rollen geleitet. Dabei haften die aus einer Düse heraustretenden Einzelflächen

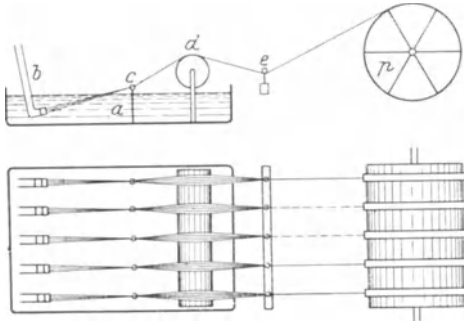


Fig. 403.

oft bis zur leichten Verklebung aneinander, was bei einem gezwirnten Faden nicht erwünscht ist. Sehr störend wirkt jedoch dieser Umstand, wenn das Ziel der Fabrikation wie im vorliegenden Verfahren ein ungezwirntes, offenes Faserbündel ist, welches in der Textilindustrie eine technische Weiterverarbeitung findet. Durch die folgende Anordnung wird ein ungezwirntes, offenes Faserbündel erzielt.

Die bisher gebräuchlichen Vorrichtungen wie Stäbe, Rollen oder Walzen hatten meist den Zweck, entweder der Faser eine bestimmte Richtung und den Weg zu geben, oder die Spannung des Fadens zu erhöhen. Die in Fig. 403 mit *d* bezeichnete Walze dient nicht zur Faden-

führung oder Streckung, sondern sie ist so angeordnet, daß der straff gespannte Faden zu einem breiten Rand von möglichst großer Ausdehnung ausgebreitet wird und so die anhaftende Fällflüssigkeit auf die Einzelfäserchen des Fadenbündels einwirken kann. Die Breithaltung des Fadenbündels auf der Vorrichtung wird dadurch erreicht, daß Fadenführer (*c* und *e* der Zeichnung) vor und hinter der Walze tiefer als die Leitfläche der Walze *d* angebracht sind, welche den Faden niederhalten und das Fadenbündel gegen die Leitfläche drücken. Die Ausbreitung des Fadenbündels beträgt je nach Anzahl und Dicke der Düsenöffnungen mehr als das 10—20fache des Durchmessers des Fadenbündels. Durch diese Vorrichtung soll erreicht werden, daß jegliche Verklebung und jedes Aneinanderhaften der Einzelfädchen im Bündel vermieden wird; denn die Koagulation, welche in einem runden Faserstrang nicht zu gleicher Zeit und daher leicht unvollkommen wirkt, wird durch die Auseinanderbreitung und Einzelhaltung der Fädchen im Faserbündel einer Düse vollkommen und gleichmäßig durchgeführt, weil die anhaftende Fällflüssigkeit auf jedes Einzelfädchen einwirken kann. Statt der einen Vorrichtung, wie in der Zeichnung angegeben ist, können auch mehrere nacheinander angebracht sein. Auch können gebogene Flächen oder Stäbe statt Walzen verwendet werden, wenn nur der Zweck erreicht wird, die Einzelfäserchen unter sich in möglichst großer Ausdehnung zu isolieren und eine Verdrehung des Fadenbündels um seine eigene Achse zu verhüten.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung von offenen, ungezwirnten Fäden oder Bändchen aus Zelluloselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß das in Koagulation befindliche Gebilde, bevor es der Aufwickelvorrichtung zugeführt wird, derart über eine zwischen zwei tiefer liegenden Fadenführern (*c*, *e*) angeordnete Fläche (*d*) geleitet wird, daß das Faserbündel unter Druck auf der Fläche aufliegt und sich so verbreitert.

Nach Chemische Werke vorm. Auergesellschaft m. b. H.

982. Chemische Werke vorm. Auergesellschaft m. b. H., Komm.-Ges., Berlin. Maschine zur Herstellung von Kunstseidefäden.

D.R.P. 395 953 Kl. 29a vom 8. V. 1921.

Die Erfindung betrifft eine Maschine zur Herstellung von Kunstseidefäden gleichbleibender Dicke, bei der die Aufwickelspulen von einer oder mehreren Tragwalzen, die sich im Spülbad mit konstanter Umlaufgeschwindigkeit drehen, getragen und angetrieben werden. Die Maschine nach der Erfindung unterscheidet sich von den bekannten Vorrichtungen dadurch, daß die Tragwalzenpaare, die mit säurefesten Hülsen überzogen sind, gegeneinander in ihrer Höhe verstellbar sind und eine Vielheit von Aufwickelspulen tragen, die durch säurefeste Führungs- und Distanzierungsstücke geführt werden, welche auf den säurefesten Hülsen der Tragwalzen angeordnet sind. Auf diese Weise ergibt sich eine große Betriebssicherheit für die Maschine, auch bei einer größeren Zahl von Aufwickelspulen, indem die auf dem gleichen Walzen-

paar ruhenden Spulen durch die Distanzierungsstücke in dem erforderlichen Abstand geführt und gegen axiale Verschiebung gesichert sind. Die Sicherheit der Führung und Lagerung der Aufwickelspulen wird noch dadurch weiter gesteigert, daß die eine Tragwalze gegenüber der anderen erhöht ist, wodurch das von den Spulen ausgeübte Drehmoment, das dem Fadenzug entgegenwirkt, vergrößert und so ein ungewolltes Abrollen der Spule über die eine Walze verhindert wird. Die sichere Führung und Lagerung der Spulen ist insbesondere von Bedeutung, wenn, wie erforderlich, zur Schonung der noch plastischen Seide leichte Spulen, vorzugsweise Holzspulen verwendet werden. Die Verwendung von säurefesten Hülsen für die Tragwalzen, sowie die säurefeste Aus-

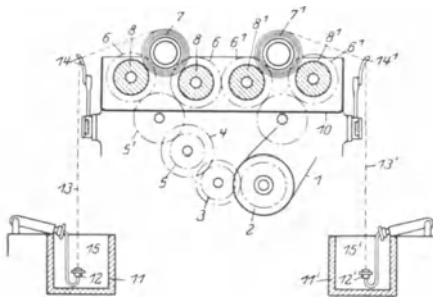


Fig. 404.

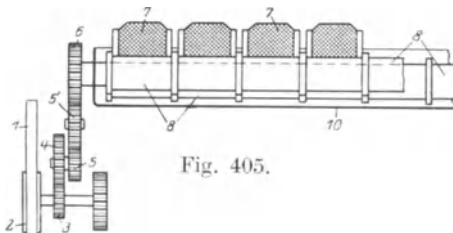


Fig. 405.

bildung der Führungs- und Distanzierungsstücke gestattet den Einbau der langen Tragwalzen in das Säurebad. Die Tragwalzen können zu diesem Behuf beispielsweise so gebaut werden, daß man eine Metallwelle mit einem säurefesten Überzug, z. B. Porzellan, Gummi usw., versieht, auf welchem Ringe zur Führung oder Distanzierung der Aufwickelspulen angebracht werden.

Fig. 404 und 405 zeigen die Erfindung im Querschnitt und in Vorderansicht. Die Aufwickelvorrichtung der Spinnmaschine, welche aus den Tragwalzen 8, 8¹ besteht, wird über die Antriebs-scheibe 2 mit Riemenantrieb 1 durch Zahnräderpaare 3, 4 und 5, 5' in Umlauf versetzt, die eine

Veränderung der Umdrehungsgeschwindigkeit der Walzen 8 durch Auswechseln von Zahnräderpaaren gestatten. Die Tragwalzen laufen im Trog 10 um und haben außerhalb dieses Troges Zahnräder 6 auf-gekeilt, die so gekuppelt werden können, daß sie das zweite Tragwalzen-paar 8¹, das sich im nämlichen Trog 10 befindet, mitantreiben. Auf den Tragwalzen 8, 8¹ liegen die Spulen 7, 7¹. Der Faden 13 bzw. 13' geht von der Düse 12 bzw. 12' durch das Fällbad 15 bzw. 15' im Trog 11 bzw. 11' über den Fadenführer 14 bzw. 14' schließlich auf die Aufwickelwalzen 7, 7¹. Die vordere der Tragwalzen 8, 8¹ wird zweckmäßig verstellbar und etwas höher gelagert als die hintere Tragwalze, um die Wirkung der horizontalen Zugkomponente des Kunstseidfadens aufzuheben.

Patentanspruch: Maschine zur Herstellung von Kunstseidefäden gleichbleibender Dicke mit Antrieb der Aufwickelspulen durch Tragwalzenpaare, auf denen die Kunstseidenwickel unmittelbar aufliegen und durch Reibung mitgenommen werden, dadurch gekennzeichnet,

daß die Tragwalzenpaare, die mit säurefesten Hülsen überzogen sind, gegeneinander in ihrer Höhe verstellbar sind und eine Vielheit von Aufwickelspulen tragen, die durch säurefeste Führungs- und Distanzierungsstücke geführt werden, die auf den säurefesten Hülsen der Tragwalzenpaare angeordnet sind.

Nach Hooper.

983. J. P. Hooper, Ruxton, Maryland. Verfahren zur Umwandlung viskosen Materials.

Ver. St. Amer. P. 1 413 332 vom 18. IV. 1922, angem. 26. XII. 1918, wieder angem. 20. IX. 1921.

Das Verfahren soll ermöglichen, mit einer wenig Raum beanspruchenden Apparatur Fäden herzustellen und zu verzwirnen. Die Spinnlösung wird aus dem Gefäß 4 durch die Pumpe 16 dem Rohr 6 zugeführt, welches an seinem oberen Ende die Spinnöffnungen 7 enthält und von dem Rohr 9 umgeben ist. Das Rohr 9 trägt den becherförmigen Ansatz 11, der durch die Schnurscheibe 15 in Umdrehung versetzt wird. Von dem die Flüssigkeit enthaltenden Behälter 19 aus wird durch Rohr 20 die Flüssigkeit dem Rande 10 (Fig. 407) zugeleitet; sie steigt in 11 hoch und wird durch die Drehbewegung über den Rand von 11, die Rinne 17 und den Stützen 18 wieder nach 19 geführt. Das aus 7 austretende Fadenbündel steigt in 11 hoch, kommt dabei mit der Flüssigkeit in Berührung, wird koaguliert, in Win-

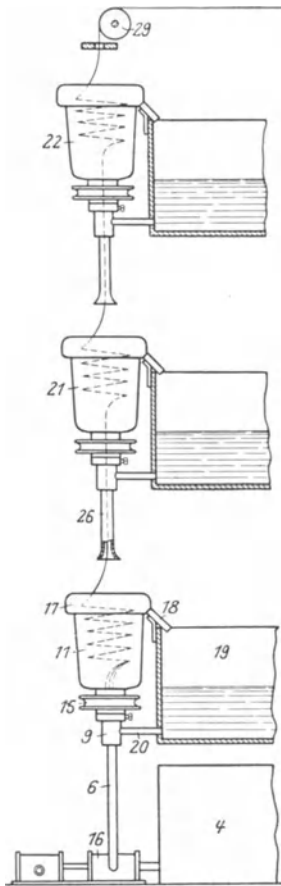


Fig. 406.

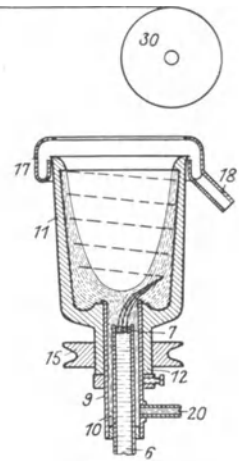


Fig. 407.

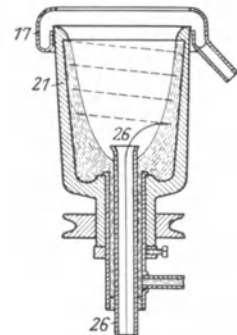


Fig. 408.

dungen abgelegt und beim Vorwärtsschreiten einer Streckung unterworfen. Es gelangt dann durch das Rohr 26 in eine ebensolche Vorrichtung wie die beschriebene und erfährt hier dieselbe Behandlung. Nach Verlassen des obersten Behälters 22 gelangt der fertige Faden über eine Rolle 29 zu der Aufwickelvorrichtung 30. Die Zwirnung des Fadenbündels läßt sich durch Einstellung der Geschwindigkeit der Behälter 11, 21 und 22 und durch ihre Drehrichtung beeinflussen.

984. J. P. Hooper, Ruxton, Md. (J. P. Hooper Manufacturing Company, Baltimore, Md.) Vorrichtung zum Bilden und Zwirnen von Fäden.

Ver. St. Amer. P. 1 500 930, ert. 8. VII. 1924, angem. 18. IV. 1922.

Die Vorrichtung enthält einen Spinnkopf, eine Zuleitung für die Spinnflüssigkeit zu dem Spinnkopf, eine Einrichtung, den Spinnkopf in Umdrehung zu versetzen und ihn dabei in einer Kreisbahn zu führen. (Zeichnungen.)

Nach Société Lyonnaise De Soie Artificielle.

985. Société Lyonnaise De Soie Artificielle. Spinnvorrichtung, die vollkommen gleichmäßige Zusammensetzung des Bades, gleichmäßige Temperatur und gleichmäßigen Ablauf aus dem Spinnbad bei der Herstellung von Fäden durch Fällen von Zelluloselösungen ermöglicht.

Franz. P. 575 493 vom 14. III. 1923.

Statt wie üblich für die ganze Länge einer Spinnmaschine ein gemeinsames Bad zu verwenden, werden kleinere einzelne Tröge für z. B. je 2 Spulen verwendet, von denen jeder aus einer oberhalb angeordneten gemeinsamen Leitung durch senkrechte Abläufe mit frischem Fällbad versehen wird, während eine dem zugeführten Fällbad entsprechende Menge gebrauchtes Fällbad durch einen Überlauf in jedem Trog abgezogen wird. (2 Zeichnungen.)

Vgl. auch schweiz. P. 102 714, S. 250.

Nach de Winther-Havenith.

986. J. de Winther-Havenith. Verfahren und Einrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 577 928 vom 23. II. 1924.

Die Fäden werden auf große Haspel oder Trommeln gesponnen, von denen eine Anzahl durch eine gemeinsame Welle zu einer Gruppe zusammengefaßt ist. Während des Spinnens läuft ein feiner Wasser-schleier auf die Haspel. Die voll besponnenen Haspel werden ohne Unterbrechung des Spinnens durch hinter ihnen liegende leere ersetzt. Die Welle mit den Haspeln wird durch eine Transporteinrichtung durch die hintereinander angeordneten Nachbehandlungsbäder geführt. (3 Zeichnungen.)

Nach Kohorn und Lehner.

987. Kohorn & Co. und A. Lehner, Chemnitz. Aufwickelmaschine für Kunstseide, Antrieb der Spulen, Zuführung von Schmiermitteln durch mechanische Mittel.

Brit. P. 235 527 vom 18. III. 1925 (Prior. 12. VI. 1924).

Bei der Maschine (Fig. 409) erfolgt das Schmieren der vielen Lager für die Spulen- und Fadenführerantriebe aus einem gemeinsamen Behälter. Die Antriebswellen 5 für die Spinnspulen 3 liegen in einem Gehäuse 6 und der Antrieb für die in der Längsrichtung der Spulen hin und her gehenden Fadenführer 2 liegt in dem Gehäuse 24, welches durch ein Becherwerk 26 aus dem unteren Gehäuse 6 mit Schmiermitteln versorgt wird. Weitere Spulen, die leer laufen, solange die Spulen 3 bewickelt werden, werden von den Wellen 10, 10¹ aus angetrieben. Mehrere Gehäuse 6 erstrecken sich über die ganze Länge der Spinnmaschine; durch Rohrleitungen wird in ihnen das Schmiermittel auf gleichem Niveau gehalten. Exzenter 19 verschieben mittels der Hebel 18, 14 die die Fadenführer bewegenden Stäbe 13 und werden ebenfalls durch das Becherwerk von dem unteren Behälter aus geschmiert. Den Hebeln 14 gegenüber auf der anderen Seite der Maschine angeordnete Hebel 15 dienen gleichfalls der Führung der Fadenführerstäbe 13 und ruhen mit ihren oberen Enden auf säurefesten Schneiden. Rinnen 27 verteilen das durch das Becherwerk aus dem unteren Behälter in den oberen geförderte Öl. Durch einen besonderen Exzenter können die Spulen in der Mitte stärker bewickelt werden als an den Enden.

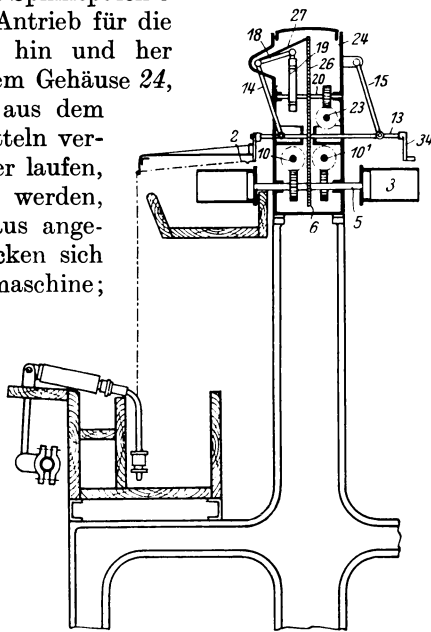


Fig. 409.

Zentrifugenspinmaschinen.**Nach Topham.**

988. Ch. F. Topham, London. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden aus Zelluloselösung od. dgl. und zur Anordnung der gesponnenen Fäden in Strähnform.

Österr. P. 9548 Kl. 76; D.R.P. 125 947 Kl. 29a vom 22. XII. 1900 (gelöscht) und 127 046 Kl. 76c vom 22. XII. 1900 (gelöscht); brit. P. 23 157¹⁹⁰⁰, 23 158¹⁹⁰⁰; Ver. St. Amer. P. 702 382; schweiz. P. 24 301.

Die Erfindung bezieht sich auf Vorrichtungen, durch welche Gespinnstfäden aus Lösungen von Zellulose oder anderem Stoff dadurch

gebildet werden, daß man die Lösungen durch kleine Öffnungen hindurchpreßt, worauf die erhaltenen Fäden versponnen und durch Aufwickeln in Strähne geformt werden. Fig. 410 stellt die allgemeine An-

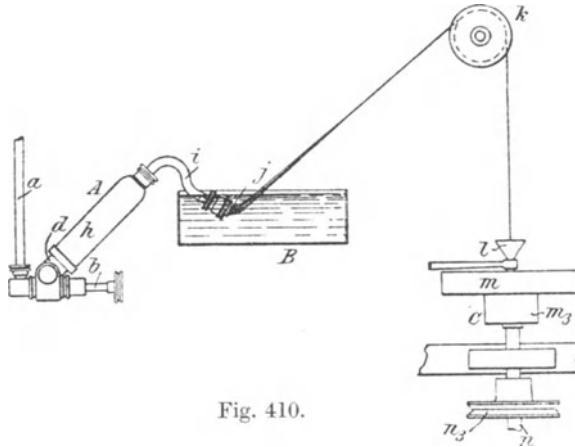


Fig. 410.

ordnung der Vorrichtungen dar. Gegenstand der Erfindung ist die Vorrichtung zum Filtrieren und Entlüften der Lösung und die Vorrichtung, durch welche die gebildeten Fäden versponnen und in Strähne geformt werden. Erstere (A) ist in Fig. 412 im Querschnitt dargestellt; Fig. 411 zeigt einen Schnitt durch das Rohrstück, an welchem das Filter drehbar angelenkt ist; Fig. 413 veranschaulicht im Aufriß und teilweise im Schnitt

die Vorrichtung C zur Herstellung der Strähne; B (Fig. 410) ist ein Gefäß für die Flüssigkeit, aus welcher die Fäden zur Spinnvorrichtung gelangen.

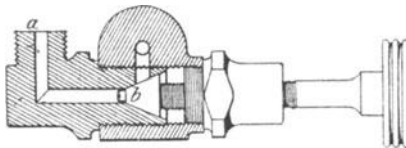


Fig. 411.

Die Lösung tritt aus der Zu-
leitung a in ein Rohrgewölbe mit
Ventil b. In einem seitlichen An-

satze des Gehäuses ist ein Gelenkstück h drehbar und durch eine Schraube e feststellbar angeordnet. Mit dem Gelenkstücke ist durch Schraubengewinde das Filterrohr f verbunden. Von dessen Längsbohrung führen eine oder mehrere seitliche Durchbohrungen an die Außenseite des Teiles f, welcher mit Längs- und Querrinnen versehen und mit Filterstoff g bedeckt ist, welcher Baumwolle sein kann. Darüber ist ein Gewebe g₂ gelegt und durch Schnüre g₃ befestigt. Das Filterrohr f wird von einem Gehäuse h umschlossen, das an einem Ende auf den Teil d aufgeschraubt ist und am anderen Ende ein Düsenrohr i trägt, dessen eines Ende in das Gehäuse h hineinragt, so daß um den vorspringenden Teil ein freier Raum geschaffen ist. Die aus dem Rohre f austretende Lösung verteilt sich in den Längs- und Querrinnen, wird beim Durchtritte durch die sehr ausgedehnte, außerhalb des Teiles f angebrachte Filterschicht g wirksam filtriert und gelangt vollkommen

rein in das Gehäuse *h*. Etwa in der Lösung vorhandene Luftbläschen können nicht in die Düse eindringen, weil sie sich in dem rings um das vorspringende Ende des Rohres *i* gebildeten Raum ansammeln, indem sie an der Innenwand des Gehäuses *h* nach oben steigen. Die Entfernung der Luft aus diesem Raume kann durch Abschrauben der kappenförmigen Mutter, durch welche das Rohr *i* niedergehalten wird, von Zeit zu Zeit bewirkt werden.

Die Fäden, welche durch die Fällflüssigkeit im Gefäße *B* gegangen sind und nun versponnen werden sollen, gehen über eine Rolle *k* und

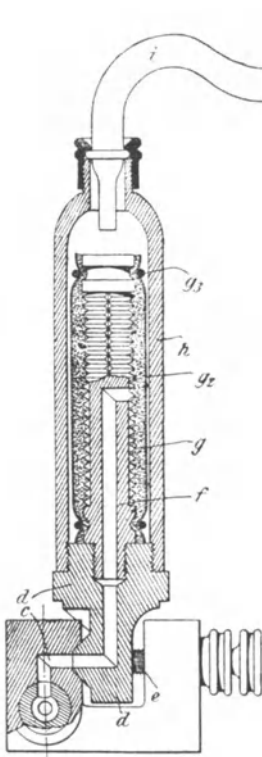


Fig. 412.

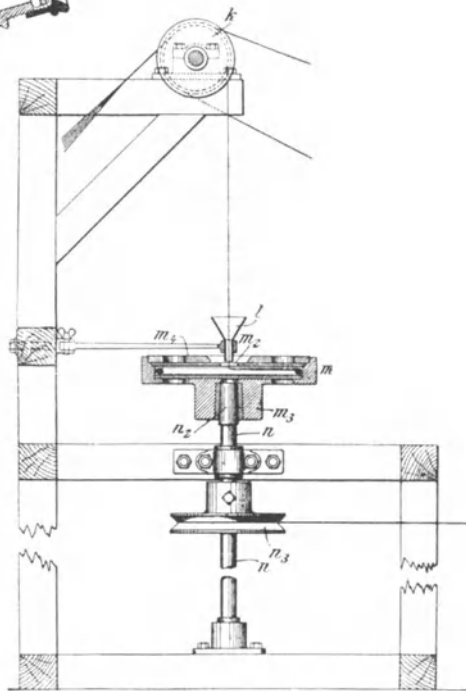


Fig. 413.

werden durch den Trichter *l* und eine zentrale Öffnung *m₂* in eine Trommel *m* eingeführt, welche sich mit großer Geschwindigkeit dreht. Hierdurch werden die einzelnen Fäden verzwirrt und infolge der Zentrifugalkraft gezwungen, sich in Form von Strahlen an der Innenseite der Trommel anzulegen. Letztere ist derart angeordnet, daß sie leicht entfernt und durch eine andere ersetzt werden kann, zu welchem Zwecke ihre hohle Nabe *m₃* von dem kegelförmigen oberen Teile *n₂* der Welle *n* getragen wird, die mit der Treibrolle *n₃* versehen ist. Die Trommel *m* trägt einen Deckel *m₄*, welcher für die Entnahme des Garn-

strähnes abgehoben werden kann. Die Rolle k wird vorzugsweise durch eine Vorrichtung angetrieben, die eine Drehung mit verschiedener Geschwindigkeit gestattet, so daß sie sich zuerst, bis die Fäden in die Trommel eingeführt sind, langsam und später beim normalen Betriebe mit großer Geschwindigkeit drehen kann. Das Verhältnis der Geschwindigkeit der Rolle k zu jener der Trommel m bestimmt die Stärke des Drahtes, welcher den Fäden gegeben wird. Die Trommel m kann auch eine auf- und abgehende Bewegung nebst der raschen umlaufenden Bewegung erhalten, so daß die Fäden in gleichmäßig steigenden und fallenden Schichten gelegt werden; diese Längsbewegung ist jedoch nicht notwendig, wenn die Trommel seicht ist.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Fäden aus Zelluloselösung od. dgl., gekennzeichnet durch einen zylindrischen Behälter (h), in welchem an der Unterseite das außen mit Quer- und Längsrinnen versehene Filterrohr (f) eingesetzt ist, welches von einem aus einer Baumwollage (g) mit äußerem Gewebe (g_2) bestehenden Filter umgeben ist, während das Düsenrohr (i) so weit in die obere Mündung des Behälters (h) hineinragt, daß zwischen diesem und dem Düsenrohre ein ringförmiger Raum verbleibt, in welchem sich die aus der Lösung austretenden Luftbläschen ansammeln können, und aus welchem die angesammelte Luft von Zeit zu Zeit entfernt werden kann.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, bei welcher das Rohr (f) mit dem Filter (g) und die Hülse (h) auf einem Gelenkstücke (d) sitzen, das drehbar in einem mit dem Materialzuführungskanal (c) versehenen Teil gelagert ist.

3. Vorrichtung zur Anordnung der erhaltenen Fäden in Strähnform, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden in eine umlaufende und unter Umständen dabei sich auf und ab bewegende Trommel (m) geleitet werden.

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, bei welcher über der Trommel (m) ein trichter- oder rohrförmiger Fadenführer (l) angeordnet ist und die mit einer zentralen Zuführungsöffnung (m_2) versehene Trommel (m) abhebbar auf dem Zapfen einer angetriebenen Welle (n) sitzt.

Nach Mancelin.

989. F. Mancelin. Fadenführer für die Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 469 890.

Bei der Herstellung künstlicher Seide verwendet man bekanntlich als Fadenführer eine Röhre, die an ihrem oberen Ende erweitert ist, in ihrem zylindrischen Teile regelmäßig voneinander entfernte Einschnürungen hat und in ihrem unteren Teile trichterförmig ausgebildet und mit runden Rändern versehen ist. Diese Röhre, in die der Faden geht, enthält in ihrer oberen Erweiterung die warme, saure Flüssigkeit, die auf den Faden bei seiner Bildung einwirkt. Ein solches Rohr wurde bisher aus Glas hergestellt, was z. B. durch Bruch viele Unbequemlichkeiten mit sich brachte. Die Röhre nach der Erfindung besteht aus Metall oder einer

Metallverbindung; von der oben erwähnten bekannten Einrichtung unterscheidet sie sich weiter dadurch, daß sie keine Einschnürungen zu haben braucht. Sie ist also viel widerstandsfähiger, hält besser Erschütterungen aus und leidet nicht unter der hohen Temperatur der durchlaufenden Flüssigkeit. Man verschwendet kein Material und erhält eine bessere Seide als mit der Glasröhre. Die Röhre kann vernickelt, angestrichen oder gefirnißt sein, vorteilhaft besteht sie aus einem Stoff, dessen Zusammensetzung nach der Natur und Temperatur der verwendeten Säure sich richtet. Die Röhre kann auch aus mehreren Stücken zusammengesetzt sein. (1 Zeichnung.)

Nach Courtaulds Ltd. und J. Clayton.

990. Courtaulds Ltd., London, und J. Clayton, Coventry. Fadenführer für künstliche Seide.

Brit. P. 104225; franz. P. 481410; D.R.P. 321216 Kl.29a vom 15. IV. 1916 (gelöscht), (Prior. Groß-Brit. 1. III. 1916); Ver. St. Amer. P. 1 224 070 und 1 224 071.

Die Erfindung bezieht sich auf Mittel, durch welche die Trichter oder Fadenführer, die in Maschinen zum Spinnen künstlicher Seide benutzt werden, um während des Spinnens den aus dem Fällbade kommenden Faden in die umlaufenden Zwirnzentrifugen überzuführen, mit großer Leichtigkeit in die richtige Stellung gebracht werden können. Ein Träger 4 (Fig. 414) ist mit den Armen 5 und 6 versehen. Der untere Arm 6 trägt ein mit einem Kegel 7 versehenes Tragstück, und der obere Arm hat ein in einen Kegel endigendes Trägerstück, welches aus dem Stab 8 besteht, der zur bequemeren Handhabung mit dem Knopf *8a* versehen ist und durch die Schraube 9 festgestellt werden kann. Der Arm 10, der den Stulp 3 trägt, besteht aus zwei Teilen, die durch die Angel *10a* zusammengehalten werden, und hat ferner eine Bohrung zur Aufnahme des Stulps 3. Sind Fadenführer und Stulp an ihrem Orte, so wird der bewegliche Teil des Arms 10 gegen den festen gedreht, und beide Teile werden durch das Band 11 zusammengehalten. Sind die Teile so gesichert, so wird Pech in den Zwischenraum 12 zwischen dem Innern von 3 und den Außenteil des röhrenförmigen Teils des Fadenführers eingegossen, und man legt ein Gummiband oder Kitt um den unteren Teil dieses Raumes, der das Pech festhält, bis es erstarrt ist.

Die Ansprüche des D.R.P. lauten:

Patentansprüche: 1. Fadenführer für Maschinen zur Herstellung künstlicher Seide, gekennzeichnet durch eine den röhrenförmigen Teil (I) umgebende Hülse (3), welche, durch eine in den zwischen ihr und dem Teil (I) vorhandenen Ringraum eingebrachte, nach eingetretener Er-

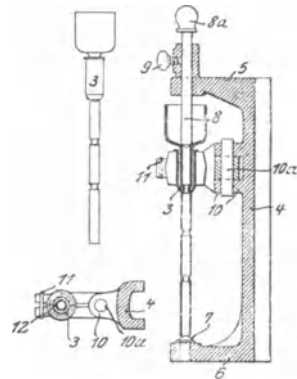


Fig. 414.

starrung fest gewordene Masse genau zentrisch zur Längsachse des Fadenführers und gegenüber letzterem in der gewünschten Höhenlage gehalten wird.

2. Fadenführer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das obere Ende desselben mit einem nach außen vorspringenden Flansch versehen ist, welcher beim Einsetzen in die Hilfsvorrichtung oder die Arbeitsmaschine sich gegen den oberen Rand der zur Aufnahme des Fadenführers bestimmten Bohrung legt.

3. Hilfsvorrichtung zur genauen Zentrierung und Höheneinstellung der Hülse gegenüber dem röhrenförmigen Teil des Fadenführers, gekennzeichnet durch einen an einem Ständer (4) vorgesehenen oberen und unteren Arm mit Spitzen zum Einspannen des Fadenführers (1, 2) und einen dazwischen angeordneten aufklappbaren Arm zur Aufnahme der Hülse (3) unter gleichzeitiger Einstellung derselben zentrisch zur Längsachse des Fadenführers und in richtiger Höhenlage gegenüber der unteren Kante des Fadenleit Röhrchens (1).

991. Société Courtaulds Limited und J. Clayton. Verbesserungen an Apparaten zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 481 399; brit. P. 104 363; Ver. St. Amer. P. 1 240 675.

Bei den Apparaten zur Herstellung künstlicher Seide, bei denen man eine Zelluloselösung unter Druck in ein Fällbad eintreten läßt und mehrere der so gebildeten Fäden durch Fadenführer von oben nach unten in eine Spinnzentrifuge einführt, in welcher die Fäden zusammengezwirnt und in die Form eines Stranges gebracht werden, hat man bisher meist die röhrenförmigen Fadenführer eine herauf- und heruntergehende Bewegung ausführen lassen. Der dazu dienende Mechanismus wurde von oben her bewegt und nahm viel Platz an den Seiten des oberen Teiles der Spinnvorrichtung ein. Diese Arbeitsweise hat den Übelstand, daß die herauf- und heruntergehenden Bewegungen der röhrenförmigen Fadenführer Unregelmäßigkeiten in der Zwirnung ergeben.

Die vorliegende Erfindung hat zum Hauptzweck, diesen Übelstand abzustellen. Nach ihr sind die Spinnzentrifugen so angeordnet, daß sie eine Bewegung von oben nach unten und von unten nach oben ausführen statt der bisherigen hin und her gehenden Bewegung der röhrenförmigen Fadenführer. Man vermeidet dadurch den schädlichen Einfluß der röhrenförmigen Fadenführer auf die Zwirnung der Fäden und erhält ein regelmäßiges gezwirntes oder gesponnenes Produkt, während das Aufrollen wirksam durch die herauf und herunter gehende Bewegung der Spinnzentrifugen erzielt wird. Diese herauf und herunter gehende Bewegung der Spinnzentrifugen wird durch geeignete Einrichtungen erzielt, besonders durch die nachstehend beschriebene. Ein vorteilhaftes Verfahren ist das folgende: Es wird angenommen, daß die Vorrichtung aus einer doppelten Reihe sich drehender Spinnvorrichtungen besteht, die auf zwei Seiten in der Längsachse des Spinnstuhles angeordnet sind. Die sich drehenden Spinnzentrifugen 1 (Fig. 415) sind auf den senkrechten Achsen 2 a des elektrischen Motors 2 angeordnet, der von den Schienen 3 getragen wird. Diese Schienen 3 verschieben sich in senk-

rechten Führungen 4, die auf dem Untergestell befestigt sind. Die Schienen und die an ihnen angebrachten Einrichtungen erhalten durch Hebel 5 eine senkrecht herauf und herunter gehende Bewegung. Die Hebel 5 werden in geeigneter Weise bewegt. Sie tragen an ihren Enden 5 a Gabelungen, die

nach unten mit V- oder messerförmigen Vorsprüngen in Eingriff stehen, welche in geeigneten Zwischenräumen längs der Schienen angeordnet sind. Die Vorsprünge greifen unter T-förmige Stücke 6 a (Fig. 416) an Bolzen 6, die durch Löcher in den Schienen 3 hindurchgehen und unten ein analoges T-Stück tragen, welches an dem Bolzen 6 durch Schrauben 6 b befestigt ist. Jeder der oben er-

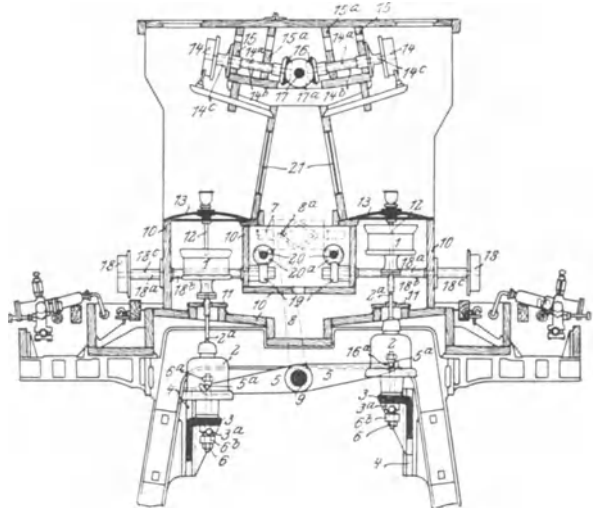


Fig. 415.

wähnten Hebel 5 der die Spinnzentrifugen bewegt, ist zweckmäßig, wie aus der Zeichnung hervorgeht, ein zweiarmiger Hebel, dessen einer Arm die Schienen 3 und die Spinnzentrifugen der einen Seite bewegt, während der andere Arm die Schienen 3 und die Spinnzentrifugen der anderen Seite bewegt. Die Hebelarme werden in geeigneter Weise bewegt, z. B. von einem Elektromotor der Vorrichtung oder von einer anderen zur Verfügung stehenden Kraftquelle, die z. B. die Stange 7 verschiebt, von der aus über den Stift 8 a die Bewegung des Armes 8 und damit des Hebels erfolgt. Die Spinnzentrifugen können in einer Ummantelung 10 untergebracht sein. Die Wellen 2 a der Motoren und die Achsen der Spinnzentrifugen gehen durch Löcher in den Deckeln 11. Die röhrenförmigen Fadenführer 12 werden von Deckeln 13 getragen. Die Deckel 12 verhindern nach Möglichkeit den Luftzutritt, lassen aber den Zugang zu den Spinnzentrifugen. Das Fehlen einer oberen Transmission, um die röhrenförmigen Fadenführer sich heben und senken zu lassen, bietet den Vorteil, daß man im oberen Teil der Vorrichtung auf beiden Seiten die Teile 14 b der Wellen 14 a für die sich drehenden Scheiben 14, die die Fäden nach unten leiten, länger machen kann. Die Teile 14 b werden von doppelten Trägern 15, 15 a getragen, die in einer gewissen Entfernung voneinander angeordnet sind. Sie können, wie aus der Zeichnung hervorgeht, auf einen bestimmten Abstand von dem äußeren Träger 15 des Teiles 14 b verlängert

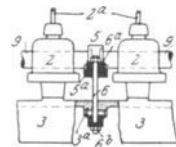


Fig. 416.

werden durch einen Ansatz *14 c*, der fest ist. Dadurch wird verhindert, daß der Faden sich um die Welle wickelt, wenn er aus dem Führer herausgleitet. Die inneren Enden der Wellen können nach innen verlängert und mit Kegelrädern *16* versehen werden, und zwar so, daß jedes Paar Kegelräder auf zwei gegeneinander gerichteten Wellen von den beiden Seiten der Vorrichtung her durch ein Kegelrad *17 a* bewegt wird. *17 a* sitzt auf der Welle *17*, die durch analoge Kegelräder alle Fadenführer bewegt. Benutzt man tiefer angeordnete Fadenführer, die die Fäden unmittelbar nach Verlassen der Fällbäder aufnehmen, wie es in *18* dargestellt ist, so können diese Fadenführer ebenfalls mit langen Wellen *18 a*, Tragstücken *18 b* und festen Teilen *18 c* versehen werden, die sich nach innen hin erstrecken und dort die Bewegungsorgane, z. B. Schneckenräder *19* und Gewinde *20 a* auf Wellen *20* tragen. Die Wellen *20* verlaufen zu beiden Seiten der Längsachse der Vorrichtung, so daß alle unteren Führer auf einer Seite der Vorrichtung durch dasselbe Gewinde ihren Antrieb erhalten. Da jede Transmission zur Bewegung der röhrenförmigen, herauf- und heruntergehenden Führer fehlt, kann man leicht zum Innern der Vorrichtung gelangen, wenn man die die Öffnungen *21* verschließenden Teile entfernt. Durch die Öffnungen *21* entweichen die in der Vorrichtung sich entwickelnden Dämpfe.

Nach Clayton.

992. J. Clayton, Coventry. Vorrichtung zum Spinnen und Zwirnen künstlicher Seide.

Brit. P. 136 769 vom 16. VI. 1919; Ver. St. Amer. P. 1 366 162; franz. P. 501 872.

Die Vorrichtung ist nach dem Tophamsystem gebaut, bei dem die Zelluloselösung durch die Öffnung *a* der feststehenden Düse *A* (Fig. 417)

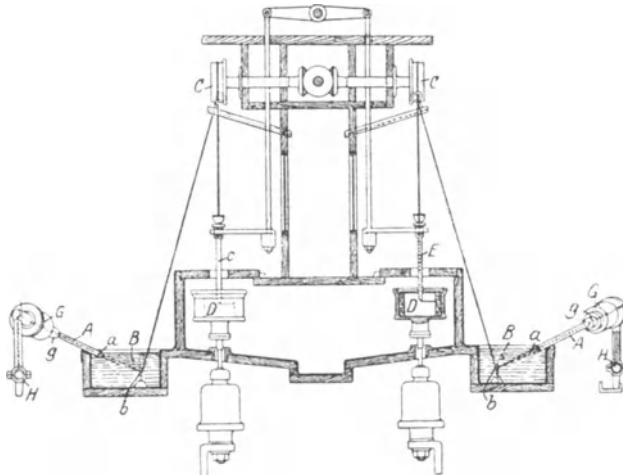


Fig. 417.

in das Fällbad *B* gespritzt wird und der Faden durch in dem Fällbad angeordnete Fadenführer *b*, oberhalb angeordnete Leitrollen *C* und einen

darunter befindlichen Trichter *E* geführt und schließlich in einem sich drehenden Spinntopf *D* abgelegt wird. Mit dieser Vorrichtung wird bezweckt, die gesponnenen Fäden in vorteilhafter Weise zu verzwirnen. Dieses geschieht durch gleichzeitiges Drallgeben an der Spinnstelle und an der Ablegestelle. Mit der Spinnndüse *A* ist bei *g* ein kleiner Elektromotor *G* verbunden, dessen Rotor auf der Düse sitzt. Die Spinnflüssigkeit wird durch das Rohr zugeführt. Der Spinntopf *D* dreht sich entgegengesetzt zu der Düse mit großer Geschwindigkeit, so daß das Fadenbündel zwischen der Leitrolle *C* und der unteren Trichter-mündung eine zusätzliche Zwirndrehung erhält.

993. J. Clayton, Coventry. Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 136 784 vom 5. VIII. 1919; Ver. St. Amer. P. 1 366 163; franz. P. 21 615, Zus. z. P. 501 872.

Die Vorrichtung betrifft eine Verbesserung derjenigen nach dem britischen Patent 136 769 (s. vorstehend). Es werden die kleinen Motoren, welche die Spinnndüsen antreiben, gekühlt. Diese Kühlung schützt

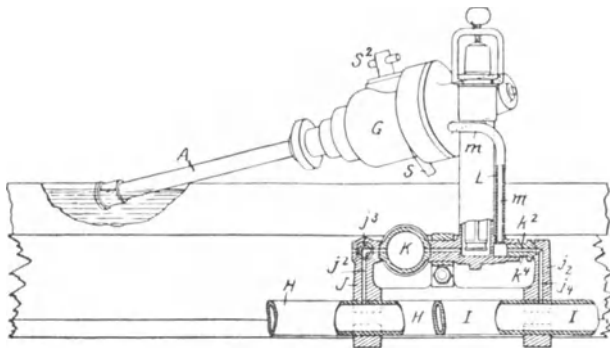


Fig. 418.

nicht allein den Motor, sondern sie verhindert auch einen schädlichen Einfluß der Motorenwärme auf die Viskose. Die Kühlung geschieht mit Luft, welche während des Laufes der Motoren in das Gehäuse eingeführt wird. Von den Gelenkarmen, welche die drehbare Spinnvorrichtung tragen, dient der eine zum Zuführen der Viskose, der andere zum Zuführen der Luft. Erstere wird durch ein Rohr *H* (Fig. 418) geleitet und gelangt durch den Kanal *j*² in den Lagerarm *J* und durch das Ventil *j*³ zu der Pumpe *K*. Diese befördert die Viskose durch den Kanal *K* zu dem Filter *L* und in das Spinnrohr *A*. Die Luft zum Kühlen des Motors wird durch ein zweites Rohr *I* zugeleitet. Sie geht durch den Kanal *j*₄ in den anderen Lagerarm *j*₂, durch den Stutzen *k*² und durch das Rohr *m* in das Motorgehäuse *G*. Sie streicht hier zwischen Rotor und Stator des Motors hindurch und entweicht durch ein Loch im Gehäuse. Die Leitungsdrähte für den Motor werden durch ein Rohr *S* zu der Klemme *S*² geführt.

994. J. Clayton, Coventry. Spinnvorrichtung für künstliche Seide.

Brit. P. 139 104 vom 5. VIII. 1919.

Die Erfindung betrifft eine Spinnvorrichtung nach dem Tophamsystem, bei dem die Fäden aus Viskose oder einer ähnlichen Zelluloselösung durch einen Trichter in einer schnell umlaufenden Spinnkapsel in Windungen abgelegt werden. Um ein gutes Arbeiten zu erzielen, ist die Einhaltung einer genauen axialen Einstellung des Trichters, durch den die Fäden laufen, zu der Achse der Spinnkapsel erforderlich.

Die Spinnkapsel hat oben eine Öffnung, die weit genug ist, um den Trichter in ihr ohne Reibung laufen zu lassen. Die genaue axiale Einstellung wird durch drei elastische Lager erreicht. Auf dem Boden der Kapsel liegt eine bunte Scheibe, nach der der Arbeiter den Fadentrichter genau axial einstellt. Die Kapsel ist außen durchlocht. Durch den schnellen Umlauf entsteht in ihr ein teilweises Vakuum, wodurch die Luft aus dem die Spinnkapsel umgebenden Gehäuse gesaugt wird. Diese Luftbewegung verhindert oder vermindert die Bildung oder Ansammlung schädlicher Gase aus den bei der Kunstseidenherstellung verwendeten Chemikalien. Die Fadenführer sind aus Metall und mit Glas ausgelegt, um säurebeständig zu sein. Die Vorrichtung ist im einzelnen wie folgt eingerichtet: Jede Spinnkapsel 1 (Fig. 419) hat an ihrem Umfange Löcher 1a und sitzt auf einer Spindel 2, welche in dem Gehäuse 4 den elektrischen Antriebsmotor trägt. Der Motor läuft in Kugellagern, und seine Welle steht ebenfalls auf Kugeln. Sie ist in der Höhe durch Schraube 8 und Mutter 9 einstellbar. Die Spindeln werden auf einer Bank 11 durch Verschraubungen 10, 12 gehalten. Das Motorenhäusle hat drei Füße 13, welche eine nach unten offene Pfanne 14 haben. In diese Pfannen fassen drei Schraubenbolzen 15, welche durch Verschraubungen 15a und 15b in der Höhe verstellbar sind. Die Bolzen stützen sich auf in den Pfannen liegende Schraubenfedern. Durch diese Bauart

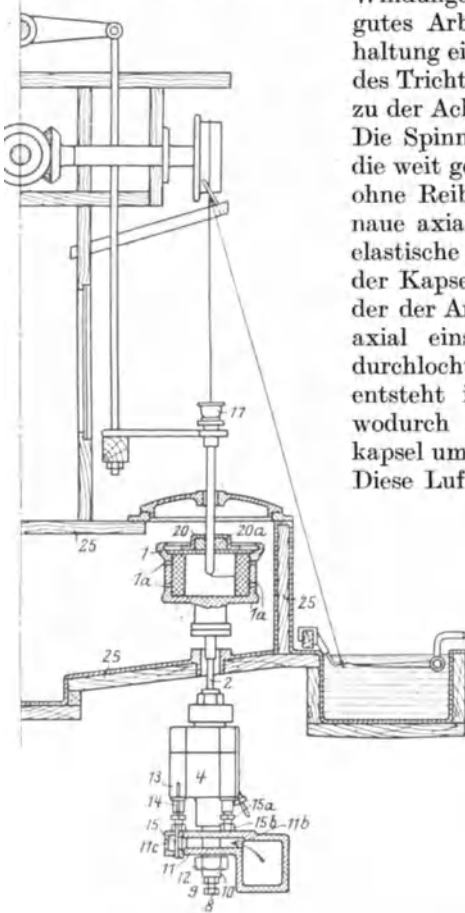


Fig. 419.

seine Welle steht ebenfalls auf Kugeln. Sie ist in der Höhe durch Schraube 8 und Mutter 9 einstellbar. Die Spindeln werden auf einer Bank 11 durch Verschraubungen 10, 12 gehalten. Das Motorenhäusle hat drei Füße 13, welche eine nach unten offene Pfanne 14 haben. In diese Pfannen fassen drei Schraubenbolzen 15, welche durch Verschraubungen 15a und 15b in der Höhe verstellbar sind. Die Bolzen stützen sich auf in den Pfannen liegende Schraubenfedern. Durch diese Bauart

sind die Kapsel und der Motor derart beweglich gelagert, daß sie sich genau axial einstellen können. Der Deckel der Spinnkapsel hat in der Büchse 20 eine Packung 20 a zur Führung des Fadentrichters 17, die vorteilhaft aus geöltem Holz besteht. Beim Umlauf der Spinnkapsel wird die sie in dem Gehäuse 25 umgebende Luft durch die Öffnungen 1 a durch die Fäden hindurch in die Kapsel gesaugt, da in der Kapsel ein teilweises Vakuum entsteht. Infolge des dichten Anschlusses des Fadenführers werden Luftwirbel, die die schädlichen Gase verbreiten, vermieden. Die Motoren werden durch Luft gekühlt, die aus der hohlen Bank 11 durch Öffnungen 11 b austritt und durch Öffnungen 11 c in die hohlen Tragbolzen 15 eintritt, aus denen sie in die Motorenhäuser streicht und dort den Motor umspült.

995. J. Clayton, Coventry, Engl. (Courtaulds Ltd., London). Spinnkapsel für künstliche Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 385 306 vom 19. VII. 1921, angem. 8. IV. 1918.

Die Spinnkapsel besteht aus einem schweren Boden, der auf einer Spinnspindel befestigt ist. Auf dem Boden sitzt ein verhältnismäßig leichter korbähnlicher Behälter, der mit dem Boden die Spinnkapsel bildet und der mittels an dem Boden angebrachter Haltevorrichtungen abnehmbar befestigt ist.

996. J. Clayton (Viscose Company). Kunstseide.

Ver. St. Amer. P. 1 406 153 vom 7. II. 1922, 1 429 127 vom 12. IX. 1922.

Das Patent schützt die Kombination einer Spinnzentrifuge, eines trichterförmigen Fadenführers zum Einführen des Fadens in die Zentrifuge und von Führungsrollen mit verschiedener Umfangsgeschwindigkeit, über welche der Faden nach Verlassen des Fällbades geleitet wird, ehe er nach abwärts zu dem trichterförmigen Fadenführer geleitet wird. Die Führungsrollen mit der geringeren Geschwindigkeit erleichtern beim Anfangen des Spinnens die Einführung des Fadens in den Trichter. (Zeichnungen.)

997. J. Clayton (The Viscose Company). Spinntopf für künstliche Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 417 455 vom 23. V. 1922.

Der kegelförmige Spinntopf für das Zentrifugenspinnverfahren ist an seinem oberen Ende bis auf eine Öffnung für den Fadendurchgang geschlossen und hat im oberen Teile und in den Seitenteilen besondere Einlagen.

998. J. Clayton (The Viscose Company). Spinntopf für künstliche Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 417 456 vom 23. V. 1922.

Der untere konische Teil des Spinntopfes trägt in einer ringförmigen Rinne eine Gummieinlage, die unter der Fliehkraft sich fest an die darüber greifende Spinnkapsel anlegt.

999. J. Clayton, Sebakwe, Babbicombe, England (The Viscose Company, Markus Hook, Penns.). Apparat zum Spinnen künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 425 368 vom 8. VIII. 1922, angem. 12. X. 1920.

Der das Spinnmundstück und ein davor liegendes Filter tragende schwingbare Arm hat eine Einrichtung, die dem Spinnmundstück nach dem Herausheben aus dem Spinnbad weiter die Spinnlösung zuführt, was für die Prüfung der Spinnöffnungen vorteilhaft sein kann. Erst beim weiteren Ausschwingen des Armes wird die Zuführung der Spinnlösung abgestellt. Aus dem ausgeschwungenen Arm austretende Spinnlösung wird durch ein Schutzschild aufgefangen und einem längs der ganzen Maschine verschiebbaren Sammelgefäß zugeleitet. Das Schutzschild verhindert auch, daß von dem ausgeschwungenen Arm abtropfende Säure darunter liegende Apparateile beschädigt. (2 Zeichnungen.)

Nach Martin und Vennin.

1000. V. Martin und A. Vennin. Einrichtung zum Spinnen künstlicher Seide.

Franz. P. 461 432; brit. P. 18 680¹⁹¹³.

Um beim Spinnen in Zentrifugen ohne Zeit- und Materialverlust zu arbeiten, sind nach der Erfindung auf einer Welle mehrere Zentrifugen angeordnet, die rasch ein- und ausgerückt werden können. Die Zentrifugen können untereinander (Fig. 420) oder nebeneinander an-

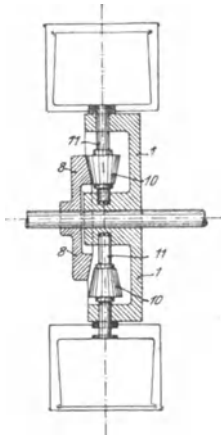


Fig. 420.

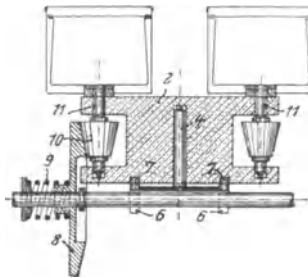


Fig. 421.

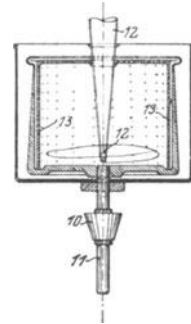


Fig. 422.

geordnet sein (Fig. 421). Ihre Bewegung erhalten sie durch Zahnräder oder Reibungsscheiben 8, die durch Federn 9 an die Kegelräder 10 gedrückt werden. Bei Fig. 420 gleitet die Führung des Kegelrades 10 lose auf der Welle 11, es ist infolge davon nur die obere Zentrifuge in Eingriff mit dem Zahnrad 8; in Fig. 421 sind die Zahnräder 10 fest mit der Welle 11 verbunden. Bei Fig. 420 werden die Zentrifugen um die horizontale Welle in der Mitte geschwenkt, bei Fig. 421 um den senkrechten Zapfen 4. Gearbeitet wird mit der Vorrichtung so, daß die sich drehende Zentrifuge mit Fäden gefüllt wird. Soll die Fadenmasse aus

einer Zentrifuge entfernt werden, so wird der Führungstrichter 12 (Fig. 422) entfernt, die leere Zentrifuge eingeschaltet und der Führungstrichter wieder eingeführt. Arbeitet die neue Zentrifuge, so nimmt der Spinner die Magazinkapsel 13 aus der vollen Zentrifuge, bringt sie zum Abhaspeln und ersetzt sie durch eine leere.

Nach Vilan und la Société: La Soie artificielle du Nord.

1001. P. Vilan und la Société: La Soie artificielle du Nord. Spinn- und Zwirnvorrichtung für Kunstseide, Viskose od. dgl. und Textilfäden aller Art.

Franz. P. 465 322; belg. P. 262 367.

Die Erfindung bezweckt die Behebung der Übelstände, die sich bei den bekannten Vorrichtungen dadurch ergeben, daß bei der Auswechslung der Spinnzentrifugen alle Wellen stillgesetzt werden müssen. Es entstehen Zeitverluste für ein großes Personal und Verluste an Zellosoelösung während des etwa 30 Minuten dauernden Stillstandes der Spinnvorrichtung, der sich alle drei Stunden wiederholt. Die neue Vor-

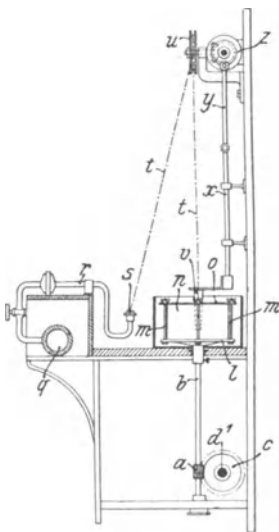


Fig. 423.

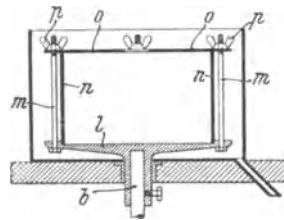


Fig. 424.

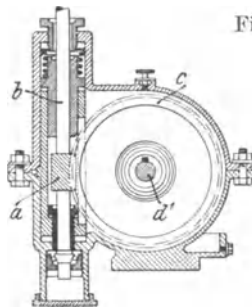


Fig. 425.

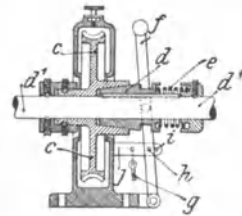


Fig. 426.

richtung ermöglicht bei einer Geschwindigkeit von 3—10 000 Touren in der Minute das Anhalten und Wiedereingangssetzen jeder einzelnen, eine Spinnzentrifuge tragenden Welle. In der Zeichnung stellt Fig. 423 eine Seitenansicht der gesamten Spinnvorrichtung dar, Fig. 424 ist ein senkrechter Schnitt durch eine Spinnzentrifuge und ihren Antrieb und Fig. 425 ist ein senkrechter und Fig. 426 ein wagerechter Schnitt durch den Antrieb. Der Antrieb der Wellen erfolgt durch ein Schneckenrad *a*, das fest auf der Welle *b* sitzt und mit einem anderen Rade *c* in Eingriff steht. Eine konische Kupplung *d* ist auf der Welle *d'* angeordnet

und wird durch die Feder *e* verschoben. Die Kupplung *d* wird ausgerückt durch den Hebel *f*, der die Feder zusammendrückt und in dieser Stellung durch einen Stift gehalten wird, welcher in die Löcher *h* und *i* des festen Stückes *j* eingreift. Dasselbe Ergebnis wird erreicht durch eine Reibungskupplung, die auf einer gemeinsamen Transmission angeordnet ist und ermöglicht, jede Welle besonders und nach Belieben ein- und auszurücken. Auf diese Weise kann ein Arbeiter allein die Spinnplatten abnehmen, ohne die anderen Wellen stillzusetzen oder die Produktion der Spinnvorrichtung zu beeinträchtigen. Jede Welle kann auch einzeln von einem Elektromotor angetrieben werden. Ferner wird hier die so kostspielige Ebonitzentrifuge ersetzt durch eine Platte aus Aluminium oder anderem Stoff, die fest auf der Welle *b* sitzt. Die Platte *l* trägt vier mit Gewinde versehene Stäbe *m*, zwischen denen ein hoher Zylinder *n* ohne Boden und mit dem übergreifenden Deckel *o* angebracht ist. Der Deckel *o* hat vier Löcher, durch die die Stangen *m* hindurchgehen, sie werden durch die Schrauben *p* gehalten. Nach Lösen der Schrauben *p* wird der mit Faden gefüllte Zylinder *n* abgenommen und durch einen leeren Zylinder ersetzt. Da die Zylinder *n* billig sind, kann man von ihnen so viele anschaffen, daß der Faden bis zum Umspulen in dem Zylinder verbleiben kann. Eine weitere Verbesserung bezieht sich darauf, daß die Zuführung der Zelluloselösung zu der Hauptleitung *q* durch Druckluft und nicht durch Pumpen bewirkt wird. Von der Hauptleitung *q* gelangt die Zelluloselösung durch die Leitungen *r* nach den Spindüsen *s*, der Faden *t* geht über eine Rolle *u* nach dem Verteilungsrohr *v* im Innern der Zentrifuge. Das Rohr *v* wird durch die Stange *x*, *y* und den Antrieb *z* auf und ab bewegt.

Bei dem

1002. franz. P. 18 730, Zus. zu P. 465 322

wird statt des im Hauptpatent verwendeten hohlen Zylinders *n*, der durch die Stäbe *m* an der Platte *l* befestigt wird, der entsprechende Teil der Vorrichtung durch einen leicht und schnell lösbaren Bajonettverschluß an der Unterlageplatte befestigt. (1 Zeichnung.)

Nach Dubot.

1003. E. Dubot, Bagnolet, Seine. Fadenführer für künstliche Seide

Brit. P. 126 263; franz. P. 497 420 mit Zus. 21 008.

Er besteht aus einem trichterförmigen und einem rohrförmigen Teil, die miteinander fest verbunden sind. Der rohrförmige Teil besteht aus Glas, der Trichterteil aus emailliertem Metall oder einer emaillierten Legierung.

Nach Haubold.

1004. C. G. Haubold A.-G., Chemnitz. Spinnstopfanlage für Kunstseidespinnerei.

D.R.P. 363 300 Kl. 29a vom 19. V. 1921.

Bei der Anlage der Erfindung soll eine größere Anzahl Spinnsehler durch eine gemeinsame Druckwasserleitung betrieben werden. In der langen Leitung tritt Druckabfall ein, so daß zwischen der ersten

und der letzten Antriebsturbine wesentliche Antriebsunterschiede bestehen, da das Druckwasser bei der ersten Turbine einen höheren Druck hat als bei der letzten. Gerade Kunstseide verlangt unbedingt gleichmäßigen Gang sämtlicher einzelnen Spinntöpfe, um auf allen genau gleiche Böden zu erzielen. Nach der Erfindung werden die schädlichen Einwirkungen des beschriebenen Druckabfalls dadurch behoben, daß jede einzelne Turbine mit einer empfindlichen Feinregelung versehen ist, durch deren willkürliche Bedienung, d. h. Einstellung und Nachregelung, trotz des in der Rohrleitung durch Reibung entstehenden, unvermeidbaren Druckabfalls doch alle Turbinen auf ganz gleicher Umlaufgeschwindigkeit erhalten werden. Nach der Erfindung wird also eine Mehrzahl von Schleudern an eine gemeinsame Leitung angeschlossen. Jede einzelne Schleuder wird von der gemeinsamen Rohrleitung durch eine Zweigleitung versorgt, und in diese ist bei jeder Schleuder als Feinregelmittel eine Nadeldüse eingeschaltet.

Patentanspruch: Spinntopfanlage für Kunstseidenspinnerei mit einer größeren Anzahl durch gemeinsame Druckwasserleitung betriebener Spinn Schleudern, dadurch gekennzeichnet, daß zur Behebung des in der langen Druckleitung entstehenden Druckabfalls jede einzelne Turbine mit einer willkürlich regelbaren Feineinstellvorrichtung, z. B. einer an sich bekannten Nadeldüse, ausgerüstet ist. (2 Zeichnungen.)

1005. C. G. Haubold A.-G., Chemnitz. Spinntopfeinrichtung mit Wasserantrieb für Kunstseide.

D.R.P. 377 616 Kl. 29a vom 16. X. 1920 (gelöscht); brit. P. 170 285 vom 10. X. 1921; Ver. St. Amer. P. 1 437 899 (A. Lehner).

Es ist bekannt, für Spinnzwecke den einzelnen Spinntopf mit Wasserantrieb zu versehen. Bei der Herstellung von Kunstseide hat man diesen Antrieb noch nicht verwendet, obwohl er gerade hier gegenüber dem Schnur-, Schnecken- und elektrischen Antrieb den großen Vorzug völliger Säuresicherheit und des ruhigen Ganges gleichmäßiger Geschwindigkeit hat. Erfindungsgemäß wird eine Mehrzahl solcher je durch eine Turbine angetriebener Spinntöpfe zu einer Batterie vereinigt, und sämtliche Töpfe der Batterie erhalten ein gemeinsames Wasserablaufgehäuse. Die Spinntöpfe können bei dieser Anordnung sehr dicht beieinander liegen, wodurch auf verhältnismäßig geringem Raum sehr viele Töpfe unterzubringen sind. Die Batterie hat auch nur einen einzigen Ablauf für das von den einzelnen Turbinen kommende Wasser. Die einzelnen Spinntöpfe sitzen frei oberhalb der säuredicht abgeschlossenen, in einem gemeinsamen Gehäuse befindlichen Antriebseinrichtung.

Fig. 427 ist eine Aufsicht auf fünf zu einer Batterie vereinigte Spinntöpfe, Fig. 428 ist ein Schnitt nach Linie $A-B$ von Fig. 427 und Fig. 429 ein Schnitt nach Linie $C-D$ von Fig. 428. b sind die einzelnen Spinntöpfe. Der zugehörige Druckwasserantrieb eines jeden Spinntopfes befindet sich in einem Gehäuse d , und dieses Gehäuse d ist gemeinsam für die sämtlichen Spinntöpfe der Batterie. Zu jedem Einzelantrieb führt eine Düsenzuleitung f_1-f_5 . Die Spinnteller liegen frei oberhalb des

Gehäuses *d*. Der Wasserantrieb ist vom Spinnteller räumlich völlig getrennt, so daß irgendwelche Störungen und Säureeinflüsse ausgeschlossen sind. Das Gehäuse *d* hat einen Ablauf bei *g*, der also das Wasser von sämtlichen Einzelantrieben der Batterieglieder abführt.

Fig. 428.

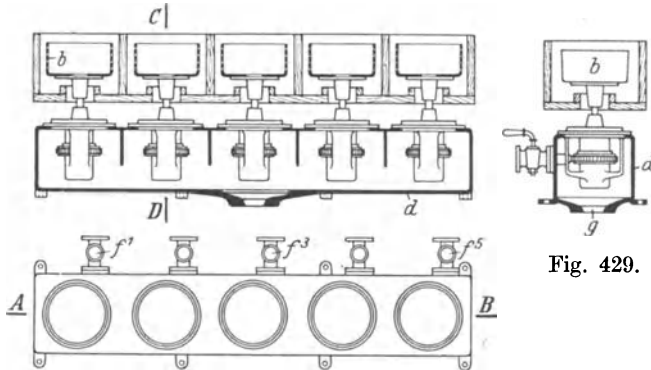


Fig. 427.

Fig. 429.

Patentanspruch: Spinntopfeinrichtung mit Wasserantrieb für Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß mehrere einzeln angetriebene Spinntöpfe zu einer Batterie vereinigt sind und ein gemeinsames Wasserablaßgehäuse haben.

1006. C. G. Haubold A.-G., Chemnitz i. Sa. Spinntopfanlage mit mehreren Spinntöpfen für Kunstseide mit Druckwasserantrieb.

D.R.P. 413 158 Kl. 29a vom 14. IX. 1924.

Kunstseidenspinntöpfe mit Druckwasserbetrieb werden gewöhnlich in langen Reihen nebeneinander aufgestellt und derart von einer gemeinschaftlichen Druckwasserleitung betrieben, daß Zuleitungen von der gemeinschaftlichen Leitung zu den einzelnen Spinntöpfen Schalteinrichtungen tragen. Soll ein einzelner Topf stillgesetzt werden, so wird der Hahn in der Zuleitung geschlossen, so daß also der Druckwasserzulauf zu den einzelnen Töpfen unterbrochen ist. Müssen mehrere Töpfe zugleich stillgesetzt werden, so wirkt das störend auf den Betrieb der übrigen durch die gleiche Druckwasserleitung bedienten weiter laufenden Spinntöpfe ein, da ja die Druck- und Strömungsverhältnisse für diese gegenüber dem Normalbetriebe wesentlich verändert werden.

Erfindungsgemäß wird dieser Nachteil dadurch beseitigt, daß der Druckwasserstrahl zu dem stillzusetzenden Spinntopfe nicht wie bisher unterbrochen, sondern abgeleitet wird. Die Pumpe fördert die gleiche Wassermenge weiter. Die Durchlaufgeschwindigkeit des Druckwassers in den Leitungen bleibt gleich, und es sind daher Rückstöße in der Leitung, die die nicht still zu setzenden Töpfe stören könnten, unmöglich. Die Ablenkung des Strahles kann auf verschiedene Weise, beispielsweise

durch eine in den Strahlweg hineingebrachte Lenkschaufel erfolgen, oder durch Bewegung der Strahldüsen, und zwar derart, daß der abgelenkte Strahl entweder am Turbinenrade (Pelton-Rade) vorbeigeht oder sogar bremsend darauf wirkt. Auf der Zeichnung sind zwei Ausführungsbeispiele dargestellt, in den Fig. 430, 431 und 432 Schaufelbenutzung, in Fig. 433, 434 und 435 verstellbare Düsen. a in Fig. 430 bis 432 und a_1 in den Fig. 433—435 bezeichnen die Strahldüsen. Der Einzelanschluß der Düse an die obenerwähnte Gesamtleitung für die Spinntöpfe einer Batterie ist nicht dargestellt. Der Strahl b trifft in Fig. 430 und 433 für den Dauerbetrieb das Peltonrad c des Spinntopfes. Soll nun der dargestellte Spinntopf stillgesetzt werden, so wird bei den Abbildungen nach Fig. 430—432 die Ablenkschaufel d in den Weg des Strahles b gebracht. Sie sitzt zu diesem Zwecke an einem von außen be-

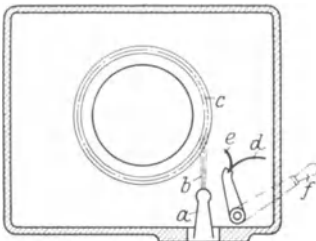


Fig. 430.

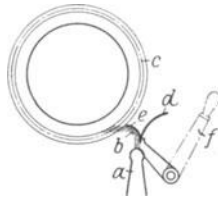


Fig. 431.

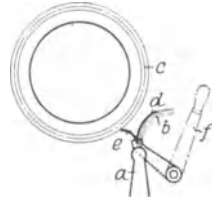


Fig. 432.

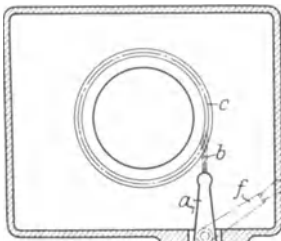


Fig. 433.

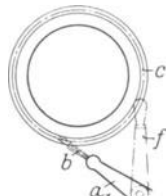


Fig. 434.

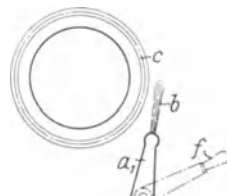


Fig. 435.

dienbaren Hebelwerke f . Fig. 432 zeigt das Hebelwerk f mit der Schaufel d in Ablenkstellung. Mit der Schaufel d ist noch eine gegenwärtige Hilfsschaufel e verbunden, die gemäß Fig. 431 den Strahl b in eine der Umlaufrichtung des Spinntopfes entgegengesetzte Richtung zwingt, wenn sie in den Strahlweg gebracht ist. Es wird dann der Spinntopf durch die Gegenlenkung des Strahles gegen die Laufrichtung des Pelton-Rades c gebremst.

Bei der zweiten Ausführungsform nach den Fig. 433—435 ist die Düse a_1 mittels Hebels f schwenkbar. Bei Fig. 435 ist der Strahl b durch Rechtsschwenkung des Hebels f vollkommen vom Pelton-Rade fortgelenkt, bei Fig. 434 durch Linksschwenkung zur Bremswirkung gebracht.

Patentansprüche: 1. Spinntopfanlage mit mehreren Spinntöpfen für Kunstseide mit Druckwasserantrieb, dadurch gekennzeichnet, daß

Vorrichtungen zur Ablenkung des Druckwassers angeordnet sind, derart, daß die einzelnen Spinntöpfe durch Ablenkung des antreibenden Druckwasserstrahles stillgesetzt werden.

2. Spinntopfanlage nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ablenkungsvorrichtungen für den Wasserstrahl so einstellbar sind; daß der Lauf des einzelnen Spinntopfes durch den Wasserstrahl gebremst wird.

3. Spinntopfanlage nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zu jedem einzelnen Spinntopfe eine in den Weg des treibenden Druckwasserstrahles bringbare Ablenkschaufel (*d*) gehört.

4. Spinntopfanlage nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß außer der den Strahl von der Turbine fortleitenden Ablenkschaufel eine gegenwendige Schaufel (*e*) vorhanden ist, die bei Einführung in den Weg des Druckwasserstrahles (*b*) ihn bremsend gegen die Turbine lenkt.

5. Spinntopfanlage nach Anspruch 1 bzw. 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Strahldüse (α_1) des einzelnen Spinntopfes von außen her schwenkbar ist.

Nach Siemens-Schuckertwerke G. m. b. H.

1007. Siemens-Schuckertwerke G. m. b. H., Siemensstadt b. Berlin. Antrieb für Kunstseidespinnzentrifugen.

D.R.P. 363 301 Kl. 29a vom 14. VI. 1921; franz. P. 550 109; schweiz. P. 100 678.

Der Antrieb soll Schwingungen des Spinntopfs und Motors möglichst vermeiden. Insbesondere sollen die Schwingungen an der Austrittsstelle des Fadens annähernd = 0 werden. Das wird dadurch erreicht, daß diese Austrittsstelle zum Mittelpunkt der beim Umlauf auftretenden Schwingungen gemacht wird und die Schwingungen des Motors durch Dämpfungsmittel begrenzt werden. Der Spinntopf wird mit dem Motor und allem Zubehör in einer besonderen Platte gelagert, die auf einem Loch des Spinnstuhls lagert und z. B. als Kugelkalotte ausgebildet ist. Der Motor hängt frei an seiner Welle und befindet sich in einem Gehäuse, das mit Frischluft ventiliert ist. Um das Eindringen von Säuredämpfen in das Gehäuse zu verhüten, wird in dessen Innern ein Überdruck erzeugt, oder man dichtet das Gehäuse oben durch eine Öldichtung ab.

Patentanspruch: 1. Antrieb für Kunstseidespinnzentrifugen, gekennzeichnet durch eine solche Anordnung, daß beim Umlauf eintretende Schwingungen an der Austrittsstelle des Fadens im Spinntopf gleich Null werden oder nur wenig von Null abweichen, indem diese Austrittsstelle den Mittelpunkt der beim Umlauf auftretenden Schwingungen bildet.

2. Antrieb nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schwingungen des Motors durch Dämpfungsmittel begrenzt sind.

3. Antrieb nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Spinntopf mit dem Motor und allem Zubehör in einer besonderen Platte gelagert ist, die auf oder in Löcher des Spinnstuhls eingesetzt ist.

4. Antrieb nach Anspruch 1–3, dadurch gekennzeichnet, daß sich der Motor in einem Gehäuse befindet, das mit Frischluft ventiliert wird.

5. Antrieb nach Anspruch 1—4, dadurch gekennzeichnet, daß im Gehäuse Überdruck erzeugt wird, damit das Eindringen von Säuredämpfen verhindert wird.

6. Antrieb nach Anspruch 1—5, dadurch gekennzeichnet, daß der Motor durch eine besondere Dichtung gegen Eindringen von Säuredämpfen an seiner Welle geschützt wird.

1008. Siemens-Schuckertwerke G. m. b. H., Siemensstadt b. Berlin. Antrieb für Kunstseidespinnzentrifugen.

D.R.P. 370 398 Kl. 29a vom 4. II. 1922.

Um Schwingungen des Spinnkopfs zu vermeiden und zu ermöglichen, daß der Spinnkopf sich in seine Schwerpunktsmittellinie einstellt, wird die unmittelbar am Spinnkopf befestigte Achse aus einem federnden Stab, z. B. aus Stahl oder Bronze, hergestellt und so dünn gemacht, daß sich der Spinnkopf unabhängig vom Motor beim Umlaufen in seine Schwerpunktsmittellinie einstellen kann. Fällt die Mittellinie der Achse nicht mit der Umlaufachse des Spinnkopfs zusammen, so nimmt die Achse beim Umlaufen die Gestalt eines ganz flachen S an und hüllt einen dementsprechenden Umlaufkörper ein, dessen untere Spitze sich im oberen Motorachslager befindet; die Achse macht also im Lager keine Schwingungen. Auch der Spinnkopf schwingt nicht, sondern seine Umlaufebene steht im Raum still, so daß Fadenbrüche vermieden werden.

Patentanspruch: Antrieb für Kunstseidespinnzentrifugen, bei denen der Motor mit dem Spinnkopf federnd verbunden ist, dadurch gekennzeichnet, daß die den Motor mit dem Spinnkopf verbindende Achse aus einem biegsamen, unmittelbar am Spinnkopf befestigten Stab besteht, der so dünn ist, daß sich der Spinnkopf beim Umlaufen unabhängig vom Motor in seine Schwerpunktsmittellinie einstellen kann, ohne daß stärkere Lagerdrucke entstehen. (2 Zeichnungen.)

Nach Grunert und Zellstoff-Verwertungs-A.-G.

1009. K. Grunert und Zellstoff-Verwertungs-A.-G., Pirna, Elbe. Fadenführerantrieb für die Spinnköpfe der Kunstseidespinnmaschinen.

D.R.P. 374 614 Kl. 29a vom 7. VI. 1921.

Um bei Kunstseide-Spinnmaschinen nach dem Schleudersystem jeden der auf und ab schwingenden Fadenführer einzeln — ohne Stillsetzung des ganzen Satzes von Spinnvorrichtungen — ausschalten zu können, wird erfindungsgemäß den die Fadenführer tragenden Schwingarmen außer ihrer Beweglichkeit in senkrechter Ebene noch eine Beweglichkeit in wagerechter Ebene verliehen, vermöge welcher sie von den treibenden Teilen einzeln abgehoben und nach einer Seitwärtsverschwenkung auf ein ruhendes Stützglied (Tragschiene) gelegt werden können. So kann, während die übrigen Spinnsysteme weiterlaufen, der einzelne Spinnkopf entleert, oder es können etwaige, den einzelnen Spinnkopf betreffende Störungen beseitigt werden.

Fig. 436 stellt die Fadenführer für drei Einzelspinnvorrichtungen mit besonderer Hubscheibe für jeden einzelnen Schwingarm schaubildlich dar. Die die Führungstrichter *a* tragenden Schwingarme *b* schwingen um die ruhende Achse *c*. Auf dieser sind die Muffen *d* drehbar, an deren radiale Zapfen *e* die Arme *b* mittels der Gabeln *f* angeschlossen sind. So werden Kreuzgelenke gebildet, vermöge welcher die Schwingarme einmal mit den Muffen *d* in senkrechter Ebene, zum anderen gegen die Muffen *d* in wagerechter Ebene beweglich sind. An jeden Schwingarm *b* greift mittels der Rolle *g* eine Hubscheibe (Herzscheibe) *h* an; die Hubscheiben des ganzen Satzes sitzen auf einer gemeinsamen Antriebswelle *i*. Vor den Hubscheiben liegt die starr mit dem Gestell verbundene Schiene *k*, welche bei der gezeichneten Ausführungsform einen doppelten Zweck

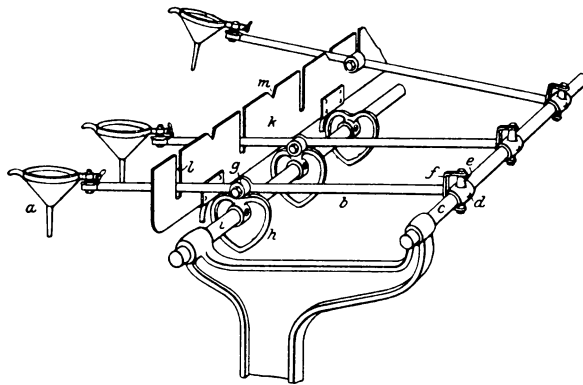


Fig. 436.

hat. Sie dient einmal vermöge der Schlitzes *l* zur Gradführung der Schwingarme *b* in senkrechter Ebene, solange sie arbeiten, sie dient ferner den von den Hubscheiben abgehobenen und seitwärts verschwenkten Schwingarmen *b* als Stütze im Ruhezustande. Kerben *m* sichern hierbei die Ruhelage der Schwingarme. Bei dieser Ausführungsform können die von den Schlitzes *l* gebildeten Gradführungen ersetzt werden durch eine die seitliche Bewegung bei der Arbeit ausschließende Führung der Schwingarme an den Hubscheiben selbst. Eine solche Führung kann durch entsprechende Ausgestaltung der Hubscheibennumfläche bzw. der Rolle *g* erzielt werden, z. B. in der Weise, daß man die Scheibennumfläche mit einer kegelförmigen Rinne versieht und die Rolle *g* als Doppelkegel in diese Rinne eingreifen läßt, oder auch durch Anordnung von Flanschen an der Rolle.

Eine in gewisser Hinsicht verbesserte und vereinfachte Ausführung stellt Fig. 437 dar. Hier werden zunächst die Hubscheiben *h* für jeden einzelnen Schwingarm erspart durch die Anordnung einer gemeinsamen Hebestange *n*, welche, von Armen *o* getragen, sämtliche Glieder des Satzes gemeinsam auf und nieder bewegt und zu ihrem Antrieb nur zweier Hubscheiben *h* (oder bei Anordnung eines den Antrieb aufnehmenden Armes *o* in der Mitte des Satzes gar nur einer Hubscheibe)

bedarf. Zur Führung der Schwingarme b in der senkrechten Ebene können hier wiederum die Schlitzte l der Tragschiene k dienen. Doch können hier auch Kerben p (oder die Schwingarme b zwischen sich fassende Gabeln) in (bzw. auf) der Hebestange die seitliche Bewegung der Schwingarme bei der Arbeit verhindern. Besonders vorteilhaft gestaltet sich die letzterwähnte Machart, wenn man die Arme o der Hebestange um die gleiche Achse schwingen läßt wie die Schwingarme selbst. In diesem Falle können die Augen der Arme o auf der nunmehr drehbaren Achse c unter Bildung eines in sich starren Rahmens festsitzen, während die Muffen d der Kreuzgelenke auch hier gegen Achse c verdrehbar sind. Bei gleichachsiger Anordnung der Arme o und b entfällt jegliche Bewegung zwischen den Schwingarmen b und den sie senkrecht

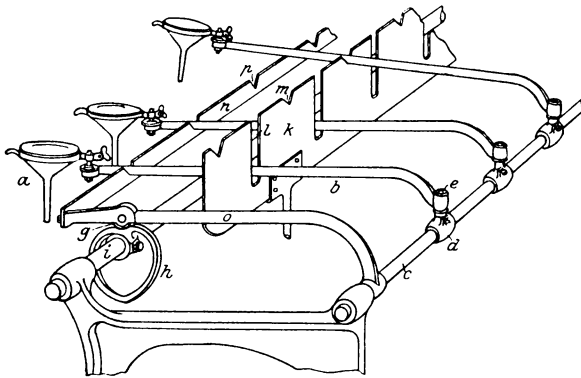


Fig. 437.

führenden Teilen; die Schlitzte l umfassen jetzt natürlich die Schwingarme b mit Spielraum. Mit der Bewegung entfällt der Verschleiß, und wenn die keilig profilierten Arme b in die entsprechend keilig gestalteten Kerben p eingelegt werden, so ist jede Möglichkeit seitlichen Schwankens oder Zitterns der Schwingarme ausgeschlossen.

Patentansprüche: 1. Fadenführerantrieb für die Spinttöpfe der Kunstseide-Spinnmaschinen, dadurch gekennzeichnet, daß die Fadenführer tragenden Schwingarme (b) behufs Ausschaltung der einzelnen Fadenführer außer ihrer durch Hubscheiben (h) vermittelten Auf- und Niederbewegung noch einer Verschwenkung in wagerechter Ebene fähig sind und deshalb von den die Auf- und Niederbewegung vermittelnden Teilen abgehoben und auf ein ruhendes Stützglied (Tragschiene k) aufgelegt werden können.

2. Fadenführerantrieb nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schwingarme (b) bei der Arbeit in senkrechten Gradführungen, z. B. in den Schlitzten (l) der Tragschiene (k), geführt werden.

3. Fadenführerantrieb nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Schwingarme (b) bei Einzelantrieb durch je eine besondere Hubscheibe (h) durch diese selbst vermöge einer Spurrinnen- oder Flanschordnung in ihrer senkrechten Bewegungsebene geführt werden.

4. Fadenführerantrieb nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mehrzahl von Schwingarmen (*b*) gemeinsam durch eine von schwingenden Armen (*o*) getragene, durch Hubscheiben (*h*) bewegte Hebestange (*n*) auf und nieder bewegt wird.

5. Fadenführerantrieb nach Anspruch 1 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Schwingarme durch — vorzugsweise keilige — Einkerbungen (*p*) in oder Gabeln auf der Hebestange (*n*) bei der Arbeit in ihrer senkrechten Bewegungsebene geführt werden.

6. Fadenführerantrieb nach Anspruch 1, 4 und 5, dadurch gekennzeichnet, daß die die Hebestange (*n*) tragenden Arme (*o*) um die gleiche Achse (*c*) wie die Schwingarme (*b*) selbst schwingen, um gegenseitige Verschiebung zwischen Hebestange und Schwingarm auszuschließen.

Nach Ramesohl & Schmidt A.-G. und Schmitz.

1010. Ramesohl & Schmidt A.-G. und C. Schmitz, Oelde, Westf. Einzelausschaltvorrichtung für Schleudern.

D.R.P. 369 838 Kl. 29a vom 24. VI. 1921.

Die Schleudern haben eine gemeinsame Antriebswelle. Jeder Schleuderrahmen ist für sich an einer Achse aufgehängt und lehnt sich mit seinem darunter liegenden Antriebsrad kraftschlüssig gegen ein auf der gemeinsamen Welle sitzendes Reibrad. Durch einen Hebel, der ausgerückt verriegelt werden kann, wird die Schleuder um ihre Aufhängeachse geschwenkt und dadurch ausgerückt.

Patentansprüche: 1. Einzelausschaltvorrichtung für Schleudern mit gemeinsamer Antriebswelle, dadurch gekennzeichnet, daß jeder Schleuderrahmen für sich an einer Achse aufgehängt ist und mit seinem Antriebsrad kraftschlüssig gegen ein auf der gemeinsamen Welle sitzendes Reibrad lehnt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen Hebel, der die Schleuder um die Achse schwenkt.

1011. Ramesohl & Schmidt A.-G., Oelde i. W. Einzelausschaltvorrichtung für Schleudern.

D.R.P. 407 351 Kl. 29a vom 29. IV. 1924.

Durch das Patent 369 838 (s. vorstehend) ist eine kraftschlüssige Einrichtung geschützt, um Schleudern mit gemeinsamer Antriebswelle einzeln ausschalten zu können. Nunmehr werden aber bei diesen Einrichtungen Böden verwendet, die unterhalb der Trommel angeordnet sind, und durch welche durch eine Öffnung der Hals der Schleuder hindurchreicht. Bei solchen Einrichtungen ist, da ein seitliches Ausweichen ohne weiteres nicht möglich ist, ein Herunterhaken der Schleuder von der aufgehängten Achse nicht ohne weiteres möglich. Gemäß der Erfindung soll dies dadurch möglich gemacht werden, daß die Schleudern mit einem Zapfen versehen sind, der in einem um eine Achse drehbaren Körper mit Hebeln lagert, so daß beim Schwingen des Zapfens die Schleuder mitgenommen und nach unten oder oben gezogen werden kann.

Fig. 438 zeigt die Schleuder in normaler Stellung und Fig. 439 die Schleuder in heruntergezogenem Zustande. Der Boden *c* unterhalb der

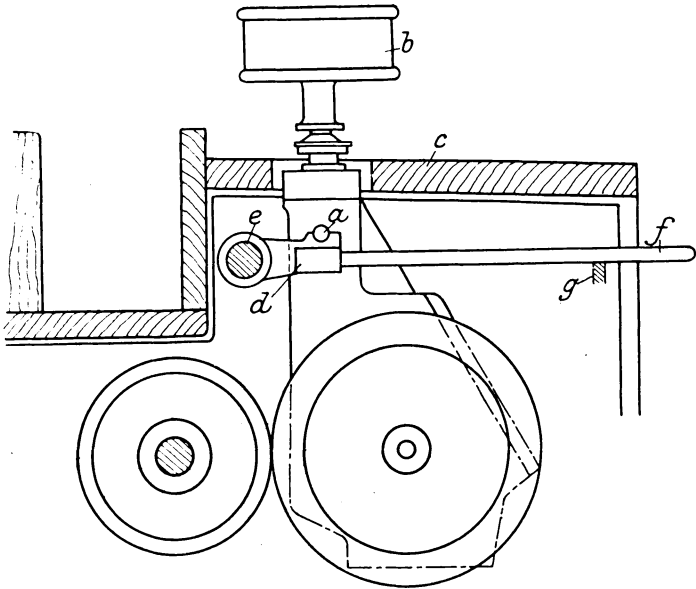


Fig. 438.

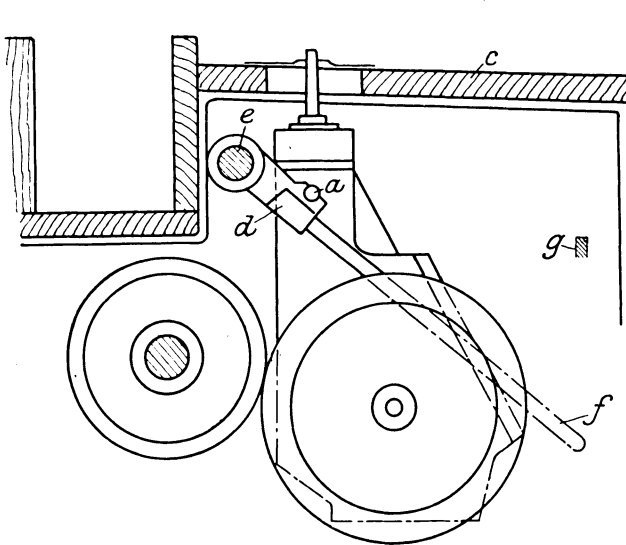


Fig. 439.

Trommel *b* umfaßt mit einer Öffnung den Hals der Schleuder. An der Schleuder ist ein Zapfen *a* angebracht, welcher in einem Körper *d* lagert, der um eine Welle *e* schwingen kann. Der Körper *d* ist mit einem Hebel *f*

versehen, welcher auf einer Rast g lagern und dort festgehalten werden kann. Im Betriebe lagert der Hebel f auf der Rast g und hält die Schleuder in ihrer richtigen Stellung. Soll die Schleuder entfernt oder ausgewechselt werden, so wird der Hebel f von der Rast abgezogen und nach unten gedreht, wobei er dann die Schleuder mit nach unten zieht, wie Fig. 439 zeigt.

Patentsprüche: 1. Einzelausschaltvorrichtung für Schleudern, dadurch gekennzeichnet, daß die Schleuder in einem schwenkbaren Lager lagert, um die Schleuder in senkrechter Richtung bewegen zu können.

2. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Lager für die Schleuder aus einem in einem schwenkbaren Körper (d) gelagerten Zapfen (a) besteht.

3. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Lager und damit die Schleuder durch eine Rast festgestellt werden kann.

Nach von Bezold und Glafey.

1012. H. von Bezold, Charlottenburg, und B. Glafey, Tempelhof. Antriebsvorrichtung für Spinntöpfe.

D.R.P. 384 513 Kl. 29a vom 13. VIII. 1921 (gelöscht); brit. P. 184 488.

Die Erfindung bezieht sich auf einen Triebstock für Spinntöpfe, bei dem der Topf an einem Triebkopfe gelagert ist und der Triebkopf um eine feststehende Spindel (Zapfen, Säule) umläuft. Derartige Bauarten sind bekannt, zeigen jedoch infolge der großen Zahl von Lagerstellen und wegen des geringen Schutzes gegen eindringenden Staub und Feuchtigkeit oder unweckmäßige Anordnung der Lager erhebliche Übelstände. Auch läßt die Befestigung des Spinntopfes auf dem Triebkopfe häufig zu wünschen übrig.

Zweck der Erfindung ist, eine Triebstockbauart zu schaffen, bei welcher der Spinntopf auf dem Triebkopf staubdicht und feuchtigkeitsdicht einwandfrei gelagert und während des Umlaufes sicher gehalten wird. Zu diesem Zwecke ist der um die feststehende Säule umlaufende Triebkopf als eine oben geschlossene und unten abgedichtete Hülse ausgebildet, welche so die zwischen ihr und der Säule eingesetzten Lager völlig umschließt. Ferner ist eine unter der Wirkung der Schleuderkraft stehende Festhaltevorrichtung für den Spinntopf vorgesehen.

In der Spindelbank a (Fig. 440) ist starr eine mittlere Triebstocksäule b befestigt. Auf ihr sind durch eine Hülse c getrennt die Innenringe d und e je eines Kugellagers mit Hilfe einer oberen Mutter f festgespannt. Über die mittlere Säule ist, sie von oben umschließend, der Triebkopf gesteckt, der als eine oben völlig geschlossene, unten offene, im wesentlichen zylindrische Hülse g ausgebildet ist. In dieser Hülse liegen die Außenringe h und i der Kugellager k und l . Nach unten wird die Hülse g abgeschlossen durch ein aufgeschraubtes Abschlußstück m , dessen Unterfläche als eine Art Labyrinthdichtung ausgebildet ist, die mit einer entsprechend gedrehten Gegenplatte n zusammenpaßt. Auf die Triebkopfhülse g ist oben ein Reibbelag o aufgebracht, dessen Außenfläche

Nach Hartogs.**1013. J. C. Hartogs.** Antriebsvorrichtung für die Achsen von Spinntöpfen für die Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 546 259 vom 23. I. 1922.

Jede Achse wird durch eine kleine Turbine angetrieben, die durch Wasser oder eine andere Flüssigkeit, heiße oder kalte Druckluft, gesättigten oder überhitzten Dampf oder ein Sandstrahlgebläse bewegt wird.

Nach Zellstoff-Verwertungs-A.-G. und Wagner.**1014. Zellstoff-Verwertungs-A.-G. und A. Wagner, Pirna, Elbe.** Fadenführung für Spinntöpfe.

D.R.P. 386 532 Kl. 29a vom 18. VIII. 1922.

Bei den bisher bekannten Spinntopfverfahren benutzte man als Fadenführer Trichter, die in einem Rohr enden, welches innen mit Einbuchtungen versehen ist, s. S. 812, Nr. 989. Zweck dieser Anordnung ist, die Schwingungen des Fadens zu beseitigen, da dieser die Einbuchtungen des Rohres beim Durchlaufen streifen muß. Die Nachteile einer solchen Anordnung bestehen darin, daß sich an den Einbuchtungen Salze auskristallisieren, die den Faden zersplittern können, und daß der Faden sich um das Glasrohr wickeln kann. Die Schwingungen des Fadens kann man auch auf andere Weise unter Vermeidung jener Mängel aufheben. Dies geschieht, indem man als Fadenführer einen hohlen Konus, d. h. einen Trichter ohne Ansatz, verwendet, dessen Austrittsstelle weit sein kann. Die Öffnung darf sogar so weit sein, daß der Faden von selbst durchfällt und dann von dem sich drehenden Topf erfaßt wird. Außerdem muß der Faden, ehe er in den Konus hineinfließt, von einem Fadenführer gehalten werden, der am besten aus einem geschlitzten Streifen besteht. Dieser Streifen ist klappbar am oberen Rand des Konus befestigt.

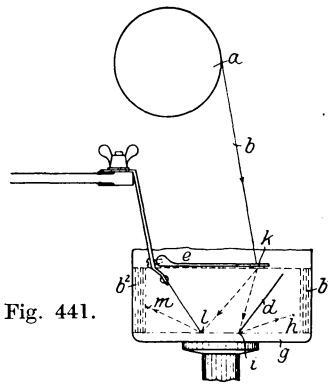


Fig. 441.

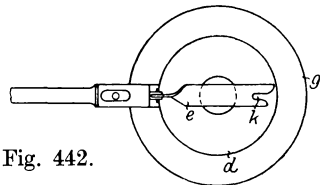


Fig. 442.

Die Anwendung dieser Fadenführung geschieht, wie aus Fig. 441 und 442 hervorgeht, so, daß man zunächst den Faden *b* vom Transportrad *a* in den Konus *d* laufen läßt. Nachdem er durch die Zentrifugalkraft des sich drehenden Topfes *g* erfaßt ist, wird der bewegliche Fadenführer heruntergeklappt, wobei der Faden durch den Schlitz *k* aufgenommen und geführt wird. Innerhalb des Konus umschreibt der Faden gewissermaßen die Form eines schiefen Kegels, dessen Spitze bei *k* liegt und

zweckmäßig kegelig ist und in einen entsprechend ausgebildeten Gegenkegel p paßt, der im Innern des Spinntopfes q angeordnet ist. Diese konische Ausbildung des Triebkopfes gewährleistet eine sichere Zentrierung des Spinntopfes durch den Triebkopf.

Da der Spinntopf einerseits nach Stillsetzung des Antriebes leicht abgehoben werden, andererseits aber während des Betriebes unbedingt sicher auf dem Triebkopfe sitzen soll, ist gemäß der Erfindung eine besondere Sicherheitsvorrichtung vorgesehen, welche bei Ingangsetzung des Triebkopfes sofort in Tätigkeit tritt und ein Abschleudern des Spinntopfes während des Umlaufs des Triebkopfes mit Sicherheit verhindert. Diesem Zwecke dienen zwei hebelartige Schleudergewichte r , die im Fleisch der Spinntopfnabe in radialer Richtung um Bolzen s drehbar gelagert sind. Sie besitzen am unteren Ende kleine Nasen t , die unter einen Bund u der Triebstockhülse g fassen, sobald die Gewichte r infolge der beim Umlauf einsetzenden Schleuderkraft in die in der rechten Seite der Zeichnung dargestellte Stellung gelangen. Bei stillstehendem Triebstock kann — wie aus der linksseitig eingetragenen Darstellung hervorgeht — der Spinntopf unbehindert vom Triebkopfe abgehoben werden. Die Schleudergewichte können natürlich auch am Triebkopf vorgesehen werden.

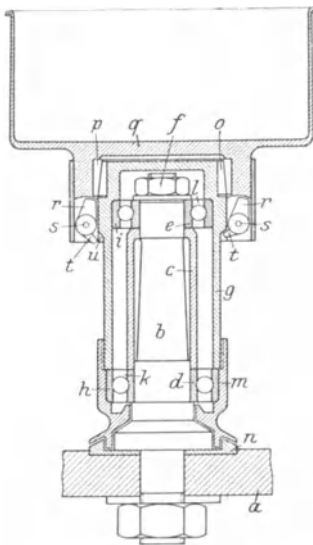


Fig. 440.

Patentansprüche: 1. Antriebsvorrichtung für Spinntöpfe, bei der der Spinntopf auf einem um einen feststehenden Zapfen umlaufenden Triebkopfe gelagert ist, dadurch gekennzeichnet, daß der Triebkopf als oben geschlossene und unten abgedichtete Hülse (g) ausgebildet ist und zwischen der feststehenden Säule (b) und dem Innenmantel der Triebkopfhülse die Lager staubdicht abgeschlossen in den Triebstock eingebaut sind.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Triebkopfhülse unten durch ein Abschlußstück (m) abgeschlossen ist, das gleichzeitig als umlaufendes Dichtungsstück ausgebildet ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Abschlußstück (m) gleichzeitig als Antriebswirbel ausgebildet ist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß am Spinntopfe bzw. Triebkopf Gewichtsstücke (r) derart drehbar angeordnet sind, daß sie sich bei Umdrehung des Spinntopfes unter der Einwirkung der Schleuderkraft nach außen legen und hierbei in am Triebkopf bzw. Spinntopf angeordnete Rasten (t) eingreifen und beide Teile miteinander derart verbinden, daß der Spinntopf gegen Abschleudern während des Umlaufes gesichert bleibt.

dessen Basis durch die untere kreisförmige Konusöffnung gegeben ist. Eine andere Durchführung wäre, wenn man statt des Konus einen Ring und statt des geschlitzten Streifens einen Fadenführer (Sauschwänzchen) anwendet. In Fig. 441 sind vom Fadenführer, also Schlitz k , aus verschiedene Fadengänge eingetragen, die den verschiedenen Stadien entsprechen. Die gestrichelte Linie k, i, h zeigt, wie der Faden auf die innere rechte Wand des Topfes aufläuft, die gestrichelte Linie k, l, m gibt wieder, wie der Faden auf die andere Seite der Innenwand des Topfes aufläuft. b^1 und b^2 stellt den Fadenkuchen dar.

Patentanspruch: Fadenführung für Spinnöpfe zur Herstellung von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß der Faden über einen Fadenführer (e) mit Schlitz oder Sauschwänzchen geführt ist und anschließend über eine kreisförmige Führung, die exzentrisch unter dem Fadenführerschlitz oder dem Sauschwänzchen liegt.

Nach Dreaper.

1015. W. P. Dreaper, London. Vorrichtung zum Herstellen von Kunstfäden.

D.R.P. 394 429 Kl. 29a vom 9. XII. 1921; franz. P. 543 256; brit. P. 171 719; Ver. St. Amer. 1 418 136.

Bei der Herstellung von Kunstfäden, die durch Fällern gebildet werden und über ein sich drehendes Abzugsrad gezogen werden, nachdem sie das Fällbad verlassen haben, um dann durch ein sog. offenes Trichter- oder Führungsrohr abwärts zu gehen, welches den Faden direkt einer Spinnsehleuder übermittelt, wo der Faden gesammelt und versponnen wird, können gewisse Fabrikationsschwierigkeiten in folgender Weise überwunden werden:

Während des Abwärtsgehens zum Trichterrohr werden gemäß der Erfindung die Fäden der Einwirkung eines konstanten Stromes einer geeigneten Lösung oder Flüssigkeit unterworfen. Der Zweck dieses Verfahrens ist, das Fortschreiten des Fadens durch das Trichterrohr hindurch zu erleichtern und ein Festsetzen an den Innenwandungen zu verhindern. Der Strom kann noch eine weitere Rolle spielen, wenn er chemisch oder physikalisch auf den bereits gebildeten Faden einwirkt. Die Flüssigkeit oder Lösung, die während der ganzen Zeit des Verspinnens durch das offene Trichterrohr hindurchgeht, kann von gleicher Natur sein, wie das Fällbad, kann aber auch bezüglich Stärke und Natur von diesem abweichen. Wird z. B. Wasser verwendet und wird der Faden in dieser früheren Stufe der Herstellung einem ununterbrochenen Waschen im Trichterrohr und im Schleudergehäuse unterworfen, da die Lösung abwärts in das Schleudergehäuse gelangt, so wird in gewissen Fällen ein bestimmter Vorteil dadurch erzielt, daß man den Überschuß an löslichen Salzen aus den Fäden entfernt und somit die Gefahr des Kristallisierens der Salze in den Fäden vermeidet. Durch diese Behandlung wird das Spinnen derart erleichtert, daß ein feineres Garn gesponnen und behandelt werden kann, als wenn der Flüssigkeitsstrom im Innern des Trichterrohres nicht vorhanden ist.

A (Fig. 443) ist das Abzugrad, welches den frisch gefällten Faden *B* aufnimmt. *C* ist das obere trichterförmige Ende des Führers, welcher einen röhrenförmigen Schaft *D* besitzt. Der Führer *C, D* wird von einem Bügel *E* getragen, der in beliebiger Weise senkrecht auf und ab bewegt wird, um den aus dem unteren Ende des Rohres *D* austretenden Faden gleichmäßig auf die Wandung des Zentrifugegehäuses *F* zu verteilen, das bei *F*¹ durchlöchert und in bekannter Weise abnehmbar auf einer

Antriebswelle *G* angebracht ist. Es ist von einem Gehäuse oder Mantel *H* umgeben, welches die austretende Flüssigkeit aufnimmt. Das Gehäuse *H* ist mit einem abnehmbaren Deckel *H*¹ und einem Abzug *J* versehen, durch welchen die Lösung oder sonstige Flüssigkeit abfließen kann.

Zur Ausführung der Erfindung wird z. B. ein kleines Glasrohr *K* so am oberen Trichterrande *C* befestigt, daß es einen Strom der ausgewählten Lösung oder Flüssigkeit in das Führungsrohr befördern kann und zwar vorteilhaft so, daß eine möglichst große Fläche der Innenwandung des Rohres ununterbrochen mit der Lösung gewaschen wird. Um dies zu erreichen, kann der Flüssigkeitsstrom in solchem Winkel und mit solcher Kraft auf die Innenwandung des Trichters gerichtet werden, daß die Flüssigkeit rund um das trichterförmige Ende *C* herumgewirbelt wird. Auf diese Weise wird die Innenfläche des Führers ununterbrochen mit einem Flüssigkeitsstrom überflutet, der dann mit dem Faden abwärts geht und den Durchgang des letzteren durch den Schaft *D* hindurch erleichtert.

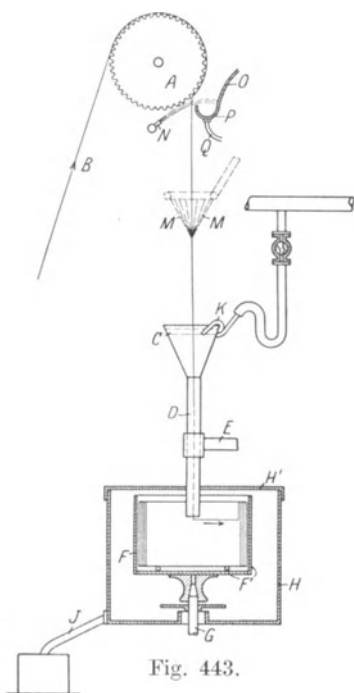


Fig. 443.

Unter Umständen kann ein Vorteil auch dadurch erzielt werden, daß man den Flüssigkeitsstrom so zuführt, daß er zuerst mit dem abwärtsgehenden Faden an einem Punkte oberhalb des oberen Endes des Führungsrohres, aber auf der Führerseite des Abzugsrades in Berührung kommt. Auf diese Weise wird der Faden mit Flüssigkeit beschwert, und das vordere Ende kann dann gerade abwärts durch das offene Trichterrohr hindurchgehen, ohne daß es besonders geführt zu werden braucht. Der Flüssigkeitsstrom kann auch in zwei oder mehr Strahlen geteilt werden, die von verschiedenen Richtungen her in die normale Bahn des abwärtsgehenden Fadens eintreten, während dieser vom Abzugrade zum Trichterrohr geht, z. B. unter Vermittlung eines durchlöcherten ringförmigen Rohres, wie ein solches bei *M, M* durch strichpunktirte Linien veranschaulicht ist. Dieses Rohr *M* erstreckt sich vorteilhaft nicht ganz um den Faden herum und läßt somit eine

seitliche Öffnung frei, durch welche der Faden eingeführt werden kann, wenn die Vorrichtung in Tätigkeit gesetzt wird. Auch kann ein Flüssigkeitsstrom so angeordnet werden, daß er gegen den abwärtsgehenden Faden an einem Punkte trifft, unmittelbar bevor er die Oberfläche des Abzugsrades verläßt, z. B. bei N , wodurch das Loslösen des Fadens von der Oberfläche des Abzugsrades durch Beschweren des Fadens erleichtert wird. Dieser Flüssigkeitsstrahl kann zusätzlich zu den oben erwähnten Flüssigkeitsstrahlen angewendet werden. O ist ein Schirm, welcher vom Faden abspringende Flüssigkeit auffangen und einer Rinne P und Abzug Q zuführen kann. Die zugeführte Flüssigkeit gelangt mit dem Faden in das Schleudergehäuse F und wird hier abgeschleudert. Sie wird von dem äußeren Gehäuse oder Mantel H gesammelt, der stets die Gehäuse F umgibt und bei J abgeleitet.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Herstellen von Kunstfäden nach dem Schleuderspinnverfahren, bei dem die Fäden nach ihrer Fällung über ein Abzugsrad laufen und durch ein Führungsrohr (z. B. ein hin und her gehendes Trichterrohr) hindurch in die Spinnsehleuder gelangen, dadurch gekennzeichnet, daß durch das Führungsrohr ein gegebenenfalls chemisch oder physikalisch einwirkender ununterbrochener Flüssigkeitsstrom läuft, so daß der Durchgang der Fäden durch die Führung erleichtert ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Flüssigkeitsstrom in schräger Richtung zur Achse des mit trichterförmigem oberen Ende versehenen Führungsrohres eingeführt wird, so daß er rundum wirbelt und die ganze Innenfläche des trichterförmigen Endes benetzt.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der dem Trichter zugeführte Flüssigkeitsstrom zugleich als ein ununterbrochener Flüssigkeitsstrahl am Abzugsrad auf den Faden einwirkt und ihn vom Abzugsrad ablöst.

Nach Düsseldorf-Ratinger Maschinen- u. Apparatebau A.-G. und Wurtz.

1016. Düsseldorf-Ratinger Maschinen- und Apparatebau A.-G. und Ed. Wurtz, Ratingen. Kunstseidenspinnmaschine.

D.R.P. 397 741 Kl. 29a vom 24. XII. 1921.

Bei Kunstseidenspinnmaschinen, bei welchen die Kunstseide in einzelne Spinntöpfe gesponnen wird, die in einzelnen Kammern gelagert werden, ist es üblich, die Kammern mit einem oberen oder mit einem seitlichen Deckel zu versehen. Diese Ausführungen haben zur Folge, daß die Kammern nicht gut übersehen werden können. Sie lassen sich auch nicht leicht bedienen. Denn wenn nur ein oberer Verschlußdeckel an der Kammer angebracht ist, muß der Arbeiter bei einer Auswechslung der Töpfe oder beim Nachstellen oder Reparieren von oben herab in die Kammer greifen, wobei er sich leicht verletzt. Ebenso ist auch bei seitlich angebrachten Abschlußdeckeln eine schlechte Übersicht der Kammern vorhanden.

Diese Nachteile der bekannten Topfkammern werden dadurch beseitigt, daß die einzelnen Kammern durch winkelförmige aus einem Stück bestehende Verschußdeckel für die obere und seitliche (vordere) Kammerwand abgeschlossen werden, die sich leicht abnehmen lassen. An den Deckeln werden Handgriffe angebracht. Nach dem Abheben dieser Verschußdeckel werden die Kammern von oben und von vorn freigelegt, so daß sie leicht zugänglich sind. Die Verschußdeckel können aus Holz mit Bleiverkleidung oder aus Aluminium oder aus emailliertem Eisenblech od. dgl. hergestellt werden.

Patentanspruch: Kunstseidenspinmaschine mit in Kammern angeordneten Spinntöpfen, dadurch gekennzeichnet, daß die für die ausschaltbaren Spinntöpfe vorgesehenen Kammern mit winkelförmigen aus einem Stück bestehenden und mit einem Handgriff versehenen, leicht abnehmbaren Verschußdeckeln für die obere und untere Kammerwand ausgestattet sind.

Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek.

1017. N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Arnhem, Holland. Reibungsantrieb für Spinnsehleudern zur Kunstseidenherstellung.

D.R.P. 409962 Kl. 29 a v. 9. V. 1923.

Die verschiedenartigsten Arbeitsweisen und Vorrichtungen zum Antrieb einer Reihe von Spinnsehleudern, wie sie in der Kunstseidenindustrie verwendet werden, sind bekannt. So kann man sie z. B. alle zusammen oder in Gruppen vereinigt von einer gemeinsamen Welle aus oder aber jede Sehleuder einzeln antreiben, so daß jede Sehleuder bei Fortlaufen der übrigen stillgesetzt werden kann. In beiden Fällen hat man für den Antrieb Zahnräder oder Reibscheiben verwendet, bei Einzelantrieb auch Elektromotoren oder Turbinen. Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf einen Reibungsantrieb und unterscheidet sich von den bisher verwendeten in verschiedener Hinsicht. Bei den bekannten Antriebsvorrichtungen wird das Schneckenrad im Antriebsgehäuse jeder Spindel mittels ihrer durch die Wand des Gehäuses hindurch verlängerten Welle durch eine einzige Reibscheibe bewegt, wodurch leicht eine Schwingung oder Verdrehung auftreten kann und so die Drehung der Sehleuder unregelmäßig wird. Nach der Erfindung wird jede Spinnsehleuder durch zwei Reibscheiben statt wie gewöhnlich durch eine Reibscheibe angetrieben, und zwar so, daß die beiden Reibscheiben symmetrisch an beiden Seiten des Gehäuses der Spinnsehleuder auf die Welle des Hauptschneckenrades angreifen. Ein derartiger symmetrischer Antrieb beugt dem Auftreten einer Schwingung oder Verdrehung und somit dem Sehleudern vor. Besonders vorteilhaft und fast nötig ist ein derartiger Antrieb für die vorliegende Erfindung, bei welcher das Spindelgehäuse in bekannter Weise einseitig aufgehängt ist und nur durch seine Schwere gegen die antreibenden Reibscheiben gedrückt wird.

Es ist zwar durch die deutsche Patentschrift 321 195, Kl. 76c, bekannt, Spinnspindeln durch zwei Reibscheiben zweiseitig anzutreiben,

jedoch arbeiten hier die zwei Reibscheiben auf derselben, auf der Spindel befindlichen Scheibe und werden durch Federn gegen diese gedrückt. Eine Ungleichmäßigkeit in der Spannkraft der Federn muß unweigerlich eine schleudernde Bewegung der Spindel zur Folge haben. Dies ist aber ausgeschlossen bei Spinnsehleudern nach vorliegender Erfindung, welche

mittels der Schwerkraft eine Anpressung der angetriebenen an die beiden treibenden Reibscheiben bewirkt und so den Federdruck in der genannten Anordnung vermeidet. Die Zeichnung erläutert den neuen Reibungsantrieb. Als Beispiel dient eine Art Einzelantrieb von Spinnsehleudern mit einseitiger Aufhängung des Spindelgehäuses. In Fig. 444 ist der Antrieb in Ansicht von der Seite dargestellt, in Fig. 445 um 90° gedreht und in Fig. 446 eine Ansicht von oben. *a* ist das einseitig aufgehängte Gehäuse mit dem Triebwerk der Spindel *b*; *c* und *c'* die

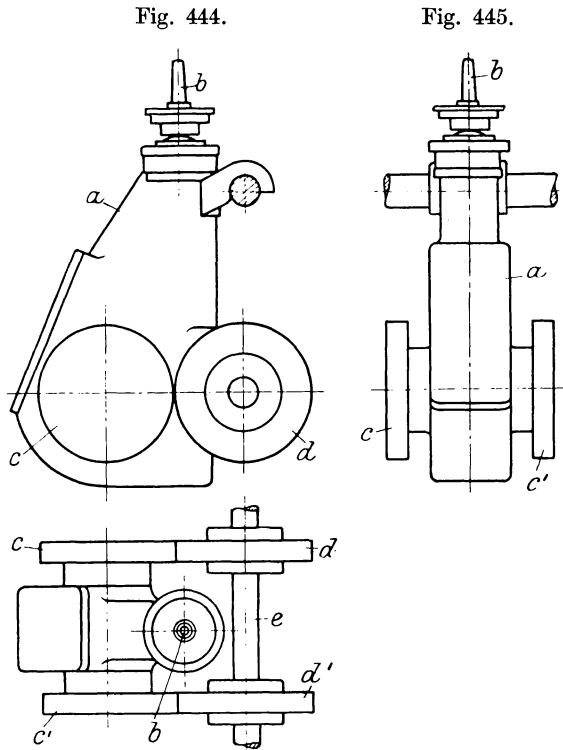


Fig. 446.

an beiden Seiten der verlängerten Welle des Hauptschneckenrades sich befindenden Reibscheiben, *d* und *d'* die zwei auf der Antriebswelle *e* sitzenden entsprechenden Reibscheiben.

Patentanspruch: Reibungsantrieb für Spinnsehleudern mit einseitiger Aufhängung des Spindelgehäuses zur Kunstseidenherstellung, dadurch gekennzeichnet, daß für jede Spinnsehleuder zwei Antriebsscheiben vorgesehen sind, gegen welche die auf jeder Seite des Spindelgehäuses angeordneten Reibscheiben mittels der Schwerkraft gedrückt werden.

Nach Berlin-Karlsruher Industrie-Werke A.-G.

1018. Berlin-Karlsruher Industrie-Werke A.-G., Wittenau b. Berlin.
Spinnapparat für künstliche Seide.

Brit. P. 227 796 vom 11. X. 1924 (Prior. 15. I. 1924); franz. P. 588 901.

Die elektrisch angetriebene Spindel für den Zentrifugenspinntopf ruht in einem Kugelfußlager und in einem von Federn getragenen Hals-

lager innerhalb eines Gehäuses, das in die das Fußlager enthaltende Fußplatte eingelassen ist. Unterhalb des Kugelfußlagers hat die Fußplatte einen Drehzapfen, ihre Bewegung ist durch am Rande angeordnete senkrechte Federn begrenzt. Der unten an der Spindel sitzende Rotor des Elektromotors ist faßförmig gestaltet, der Zwischenraum zwischen ihm und dem Stator wird durch Schwankungen der Spindel nicht beeinflusst. Wo die Spindel aus dem Deckel nach außen tritt, befindet sich eine ölgetränkte Dichtung und darüber eine Schutzplatte. Der tief liegende Schwerpunkt des Apparats verhindert störende Schwingungen der Spindel bei Überschreiten einer bestimmten Geschwindigkeit. Die unteren Teile sind gegen Flüssigkeit durch eine Haube und die oberen Teile durch einen Dom geschützt. Das innere Gehäuse ist ungefähr bis zur Mitte des Halslagers mit Öl gefüllt zur dauernden Schmierung und zur Verhinderung von Schädigung der Metallteile durch Säuredämpfe. (1 Zeichnung.)

Nach Sindl.

1019. O. Sindl, Chrostau, Mähr. Spinntopf, besonders für künstliche Seide.

Brit. P. 228 497 vom 10. IX. 1924 (Prior. Tschechosl. 2. II. 1924); franz. P. 585 539; schweiz. P. 112 943.

Der Spinntopf der Zentrifuge besteht aus künstlichem Harz und einem Füllmittel. Im Fuß hat er einen Sockel aus Metall, der auf die antreibende Welle aufgesetzt wird. Der Rand des Spinntopfs besteht aus Metall oder ist durch einen Metallring verstärkt.

Nach Greenwood and Batley Ltd. und Holt.

1020. Greenwood and Batley Ltd., Leeds, und Th. W. Holt, Mayfield. Verbesserungen an Apparaten zum Spinnen und Aufwinden künstlicher Seide.

Brit. P. 233 535 vom 31. V. 1924.

Die Spinntopfspindel wird durch Zahnräder unter Vermittlung einer ausrückbaren Kupplung angetrieben. Dies geschieht auf folgende Weise: Der obere Spindelteil trägt die eine hohlkegelförmige Kupplungshälfte. Die andere angetriebene kegelförmige Kupplungshälfte sitzt auf einer mit Zahnrad versehenen senkrechten Hohlwelle, durch welche die Spinntopfspindel lose hindurchgeführt ist, und die von einem zweiten Zahnrad in Umdrehung versetzt wird. Die Spindel kann nun von dem angetriebenen Kupplungskegel entkuppelt werden, indem sie angehoben wird. Dies geschieht durch eine mit Handgriff versehene Kurvenscheibe, die am Spindelfuß angreift. Wird also die Kurvenscheibe mittels des Handgriffes gedreht, so wird die Spindel angehoben und entkuppelt, so daß der Spinntopf zur Ruhe kommt. Ein Vorteil des beschriebenen Antriebes ist, daß auf die Spindel keine Seitendrucke ausgeübt werden. (3 Zeichnungen.)

Nach dem

1021. brit. P. 233 536 vom 31. V. 1924

derselben Erfinder wird wie bei dem brit. P. 233 535 (s. vorstehend) die Spinntopfspindel unter Vermittlung einer Reibungskupplung angetrieben und kann durch Heben und Senken aus- und eingerückt werden. Der Unterschied gegenüber dem genannten Patent besteht darin, daß die den angetriebenen kegelförmigen Kupplungsteil tragende Hohlwelle nicht mehr durch Zahnräder, sondern durch Würfel und Seilscheibe angetrieben wird. Hiernach ist auf der Hohlwelle ein Wirtel angebracht, der von einer auf einer senkrechten Welle sitzenden Seilscheibe angetrieben wird. Diese senkrechte Welle wird ihrerseits von Zahnrädern gedreht. Auch die beschriebene Antriebsvorrichtung hat, wie diejenige des brit. P. 233 535, den Vorteil, daß auf die Topfspindel selbst keine seitlichen Drucke ausgeübt werden; diese werden vielmehr von der Hohlwelle aufgenommen. Jede Seilscheibe kann mehrere, z. B. zwei Wirtel antreiben. Auf der senkrechten Welle können zwei Seilscheiben übereinander sitzen, von denen die eine ihre beiden Wirtel nach links, die andere ihre beiden Wirtel nach rechts antreibt. (4 Zeichnungen.)

Über Topfspinnmaschinen, ihren Antrieb und richtigen Lauf siehe H. Jentgen, Deutsche Faserstoffe u. Spinnpflanzen, Januar 1921, S. 1—6.

Über Zentrifugenspinnmaschinen für Kunstseidefabriken vgl. Ed. Wurtz, Deutsche Faserstoffe u. Spinnpflanzen, 1922, S. 133 u. ff.

Fadenbildung durch Ausschleudern der Spinnlösung aus Düsen oder von Spitzen.

Nach Mewes.

1022. R. Mewes, Berlin. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seidenfäden mit Hilfe von feinen Düsen oder Löchern.

D.R.P. 276 082 Kl. 29a vom 13. XI. 1909 (gelöscht).

Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß die zu massiven Fäden auszuziehende Masse durch düsenförmige oder siebartige Löcher mit Hilfe der Zentrifugalkraft durchgedrückt, ausgeworfen und dabei zu Fäden ausgezogen wird. Das Ausziehen zu feinen Fäden erfolgt dadurch, daß die durch die düsenförmigen Löcher ausgeschleuderte Masse in der umgebenden Luft oder Erstarrungsflüssigkeit Widerstand findet, so daß sie die von einer sich drehenden Trommel ihr erteilte Geschwindigkeit nicht beibehalten kann, während die Trommel mit gleicher Geschwindigkeit sich weiterdreht. Durch die entstehende Differenz der Bewegungen muß der Faden gedreht werden, ohne daß es hierzu noch der bisher üblichen Spinnvorrichtung bedarf. Da es mit Hilfe der Zentrifugalkraft möglich ist, sehr große Drucke der Flüssigkeit gegen die Wand der Trommel zu erzeugen und die Zahl der Löcher groß werden kann, so ist durch das vorliegende Verfahren eine bisher technisch nicht durch-

föhrbare Massenfabrikation größten Umfangs erreichbar. Das Verfahren kann man auch so durchföhren, daß man die Trommel stillstehen läßt und die Masse im Innern in zentrifugierende Bewegung versetzt, so daß sie durch die Löcher herausgeschleudert wird. Hierbei ist es aber zweckmäßig, um ein feineres Ausziehen der herausgedrückten Masse zu erhalten, die Erstarrungsflüssigkeit, in welche sie eintritt, in zentrifugierende Bewegung zu versetzen und dadurch die austretenden Strahlen mit fortzureißern. Zu diesem Zwecke muß die zweite, die innere Trommel *e* umschließende äußere Trommel *f* (Fig. 449) in Drehung versetzt werden, während sie bei der ersten Art der Durchföh rung des

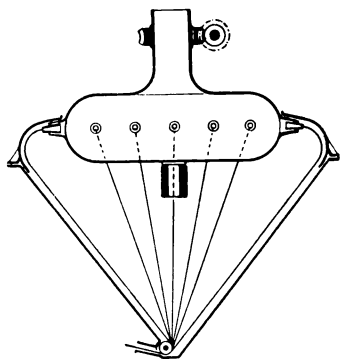


Fig. 447.

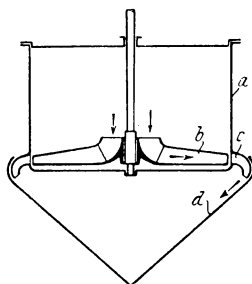


Fig. 448.

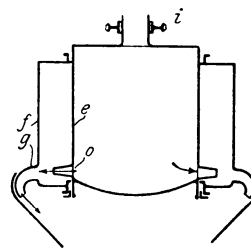


Fig. 449.

Verfahrens (Fig. 447) stillstehen kann. Man kann die Erstarrung der austretenden Fäden auch dadurch bewirken, daß man den Faden mit der Erstarrungsflüssigkeit umhüllt durch Zentrifugalkraft aus einer den Faden umhüllenden Düse austreten läßt.

Das vorliegende Verfahren bietet in einfacher Weise die Möglichkeit, die Seidenfäden während des Auswerfens im Innern mit Farbflüssigkeit zu füllen, indem man in die Ausströmlöcher von hinten her einen Farbstrahl einföhrt, welcher von der Drehachse her durch die Zentrifugalkraft der Spinnflüssigkeit zugedrückt und in das Innere des sich ausziehenden Fadens hineingetrieben wird. Es wird dadurch ein massiver, von innen gefärbter Faden erhalten.

Die zur Durchföh rung des Verfahrens dienenden Vorrichtungen sind in den Fig. 447–449 schematisch veranschaulicht. Fig. 447 dient zum Ausschleudern massiver Fäden und bedarf keiner Erläuterung. In Fig. 448 steht die äußere Trommel *a* still, und nur die innere Schleudervorrichtung *b* dreht sich; *c* ist die Führungsdüse, *d* der ausgeschleuderte Faden. In Fig. 449 ist das Ausschleudern von innen gefärbter Fäden veranschaulicht; durch *o* tritt in die aus *g* ausgeschleuderten Fäden von innen die Farbflüssigkeit ein; *i* bezeichnet die Kupplung für die Drehung der Trommel *e*.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher Seidenfäden mit Hilfe von feinen Düsen oder Löchern, dadurch gekennzeichnet, daß mit Hilfe der Zentrifugalkraft die auszuziehende Masse

durch die düsen- oder siebförmigen Löcher durchgedrückt, ausgeworfen und dabei zu Fäden ausgezogen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Trommel mit den Düsen feststeht und die Masse im Innern der Trommel in zentrifugierende Bewegung gesetzt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein Farbstoff durch Zentrifugalkraft in das Innere des sich bildenden massiven Fadens hineingeschleudert wird.

4. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ausströmungsöffnungen für die auszuziehende Masse in einer sich drehenden Trommel angebracht sind.

5. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß in einer feststehenden Trommel mit Düsen ein Zentrifugalrad zum Zentrifugieren der Masse angebracht ist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 1—5, dadurch gekennzeichnet, daß für solche Stoffe, deren Fäden durch eine Erstarrungsflüssigkeit geführt werden müssen, die sich drehende Trommel von einer zweiten stillstehenden oder sich drehenden Trommel umgeben ist und in dem Zwischenraum zwischen beiden die Erstarrungsflüssigkeit enthalten ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß in die Ausströmlöcher von hinten her durch einen Strahl Farbstoff eingeführt wird, so daß ein massiver, von innen gefärbter Seidenfaden entsteht.

8. Verfahren zum Abkühlen der Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß die Erstarrungsflüssigkeit durch eine den Faden umhüllende Ringdüse unter dem Drucke der Zentrifugalkraft austritt.

1023. R. Mewes, Berlin. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung künstlicher Seidenfäden mit Hilfe von feinen Düsen oder Löchern.

D.R.P. 288 667 Kl. 29a vom 23. VII. 1914, Zus. z. D.R.P. 276 082 (gelöscht).

Das Verfahren bezweckt, auf die nach dem Verfahren des Hauptpatentes (s. vorstehend) erhaltenen und aus der Schleuderrichtung wagemrecht oder nahezu wagemrecht austretenden Fäden einen Flüssigkeitsstrom, wie bei Spindüsen bekannt ist, wirken und dabei die Fäden während der Bewegung so nach unten ablenken zu lassen, daß die Fäden mit einer festen Leitvorrichtung nicht in Berührung kommen. Zu diesem Zwecke wird von oben her längs der Schleudertrommel ein Luftstrom oder ein Strom einer koagulierenden Flüssigkeit geführt, welcher die an Masse leichten Fäden nach unten zieht und dann nach einem geeigneten Punkte hin zusammendrängt, von dem aus sie vereinigt und infolge der Drehung der Schleudertrommel gleich gezwirnt weitergeführt und aufgespelt werden. Die Strömungsgeschwindigkeit des Luft- oder Flüssigkeitsstromes muß mit steigender Umdrehungszahl der Schleudertrommel gleichfalls gesteigert werden, um ein Hinschleudern der Fäden bis zu den Wandungen des Führungskanals für die Luft oder die Flüssigkeit und ein Festkleben an diesen Wandungen zu verhüten. Die Erzeugung des erforderlichen Luftstromes kann durch ein besonderes Ge-

bläse oder auch durch bei Spinnndüsen schon in Anwendung gekommene Schleuderflügel in der Weise geschehen, daß man am oberen Rande der Schleudertrommel einen Ventilator oder Schaufelkranz befestigt, der bei der Drehung der Trommel sich mitdreht und die Außenluft in den Leitkanal treibt. In derselben Weise kann man eine Zentrifugalpumpe durch die Trommel antreiben und durch die Pumpe dann die Koagulationsflüssigkeit nach unten treiben lassen, um dadurch die mit großer Geschwindigkeit ausgeschleuderten Fäden frei nach unten zu führen, ohne daß sie an die Wandungen des Leitkanals gelangen.

Bei dieser Arbeitsweise ergibt sich der wichtige Vorteil, daß die Fäden gleichzeitig sich in ähnlicher Weise, wie dies bei dem Verfahren nach der deutschen Patentschrift 157 157¹⁾ geschieht, noch selbsttätig ausziehen und eine geringere Dicke erhalten, als dem Austrittsquerschnitt aus der Schleuderöffnung entspricht. Man kann also auf diese Weise mit größeren Durchbohrungen und mit geringeren Reibungswiderständen als nach dem Hauptverfahren arbeiten.

Patentansprüche: 1. Verfahren gemäß Patent 276 082, dadurch gekennzeichnet, daß die ausgeschleuderten Fäden durch einen von oben her auf die Fäden blasenden Luft- oder Flüssigkeitsstrom aus der Schleuderrichtung nach unten frei abgelenkt werden, um eine Berührung mit den Wandungen des Leitkanals und ein Ankleben zu verhüten.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ventilatorschrauben oder Schleuderflügel an dem Außenmantel der Schleudertrommel selbst angeordnet sind. (1 Zeichnung.)

Nach Hooper.

1024. J. P. Hooper, Ruxton, Md. (J. P. Hooper Manufacturing Comp., Baltimore, Md.). Zentrifugalspinnvorrichtung.

Ver. St. Amer. P. 1 500 931 vom 8. VII. 1924, angem. 23. II. 1922.

Durch die Wand des umlaufenden Spinnkopfs gehen zahlreiche Öffnungen, die ausgeschleuderten Fäden gehen durch eine von oben her über einen Schirm herabfallende Schicht von Fällflüssigkeit und werden verzwirnt aufgehaspelt. (Zeichnungen.)

Das

1025. Ver. St. Amer. P. 1 500 932, ert. 8. VII. 1924, angem. 23. II. 1922

desselben Erfinders betrifft ebenfalls eine Vorrichtung zur Fadenbildung. An dem Spinnkopf sind zahlreiche Nadeln angebracht, die sich mit dem Spinnkopf im Kreise bewegen und denen die Spinnlösung zugeführt wird. Durch Zentrifugalkraft werden die Fäden von den Nadeln abgeschleudert. (Zeichnungen.)

Das

1026. Ver. St. Amer. P. 1 500 933, ert. 8. VII. 1924, angem. 23. II. 1922

desselben Erfinders betrifft gleichfalls einen Apparat zur Fadenbildung. Auch hier laufen die am Spinnkopf sitzenden Nadeln um, die Spinnlösung läuft außen über den Spinnkopf und von da auf die Nadeln. (Zeichnungen.)

¹⁾ Siehe S. 193.

Das

1027. Ver. St. Amer. P. 1 500 934, ert. 8. VII. 1924, angem. 23. II. 1922 desselben Erfinders betrifft einen Spinnkopf. Radial sind an ihm die Spinndüsen angeordnet, die sich rasch im Kreise bewegen und die Fäden unter der Schleuderwirkung austreten lassen. Die ausgeschleuderten Fäden werden koaguliert. (Zeichnungen.)

Nach Düsseldorf-Ratinger Maschinen- u. Apparatebau A.-G. und Wurtz.

1028. Düsseldorf-Ratinger-Maschinen- u. Apparatebau A.-G. u. E. Wurtz, Ratingen. Spinn Schleuder.

D.R.P. 400 931 Kl. 29a vom 26. IV. 1923.

Die Spinn Schleuder wird in bekannter Weise aus zwei ineinander eingebauten Schleudern zusammengesetzt. Gemäß der Erfindung sollen die erzeugten Fäden in der äußeren Schleudertrommel aufgespeichert werden, ohne daß hierbei eine besondere Fadenführung (Changierung) erforderlich ist. Die innere Schleuder, in welcher die zu spinnende, meistens aus Zelluloselösung bestehende Masse eingefüllt wird, ist zu diesem Zwecke an ihrem Umfang mit einer beliebigen Anzahl von Spinn düsen versehen, die in der Höhenlage zueinander versetzt sind. Von diesen Spinn düsen aus werden die Fäden an den Umfang der äußeren Zentrifuge abgeschleudert. Damit hier die gleichmäßige Ablagerung der Fäden stattfindet, läuft die äußere Schleudertrommel außerdem etwas langsamer, als die innere. Innere wie äußere Schleuder werden entweder von einer Stelle aus oder auch jede Schleuder für sich besonders angetrieben. Der Antrieb für die äußere Schleuder muß also derartig sein, daß die Umfangsgeschwindigkeit dieser Schleuder gegenüber der inneren Schleuder etwas geringer ist. Durch diese Differenz in den Umfangsgeschwindigkeiten werden die Fäden von dem inneren Topf aus am äußeren Topf aufgewickelt. Die Differenz der Umfangsgeschwindigkeiten muß stets gleich bleiben. Zu diesem Zweck erfolgt der Antrieb für beide Schleudern am vorteilhaftesten unter Anwendung geeigneter Übersetzungsgetriebe von einer Antriebswelle aus. Innere wie äußere Schleuder werden elastisch gelagert, um eine selbsttätige Einstellung der Schleudern bei hoher Tourenzahl zu gewährleisten.

Es zeigt Fig. 450 einen Vertikalschnitt durch die Maschine, Fig. 451 eine seitliche Ansicht der Maschine nach Fig. 450. In dem Gehäuse 1 der Maschine ist ein Schneckenrad 2 auf einer Antriebswelle 17 gelagert. Von dem Schneckenrad 2 aus wird eine Schnecke 3 angetrieben, deren verlängerter Teil in Kugellagern 4 gelagert ist. Die Schnecke 3 ist in hohler Ausführung hergestellt, wobei im Inneren der Schnecke 3 eine Spindel 5 mit einem Zapfen 6 gelagert ist. Die Spindel 5 erhält an der Stelle 7 eine weitere Lagerung, die elastisch gehalten ist und eine selbsttätige Einstellung bei hoher Tourenzahl ermöglicht. Die Spindel 5 kann also um den Zapfen 6 etwas federn, d. h. bei der kritischen Umlaufzahl kann der auf die Spindel 5 aufgesetzte Zentrifugentopf 8 sich selbsttätig einstellen. Um die innere Spindel 5, die den Topf 8 antreibt, ist eine Außenspindel 9 eingebaut, die unten in den Kugellagern 10 gehalten und

in der Lagerschale *11* drehbar gelagert ist. Auch diese Außenspindel *9* ist elastisch gelagert, und zwar kann sie in der Lagerschale *11* federn und dadurch den auf ihr ruhenden Zentrifugentopf *12*, der an der Stelle *13* elastisch gelagert ist, der kritischen Umlaufzahl entsprechend selbsttätig einstellen. Der Antrieb für die Spindel *9* erfolgt ebenfalls von der Antriebswelle *17* aus, und zwar mittels eines auf der Antriebswelle *17*

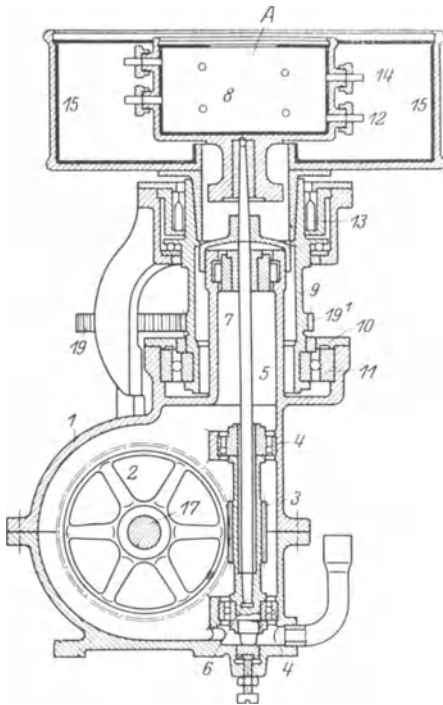


Fig. 450.

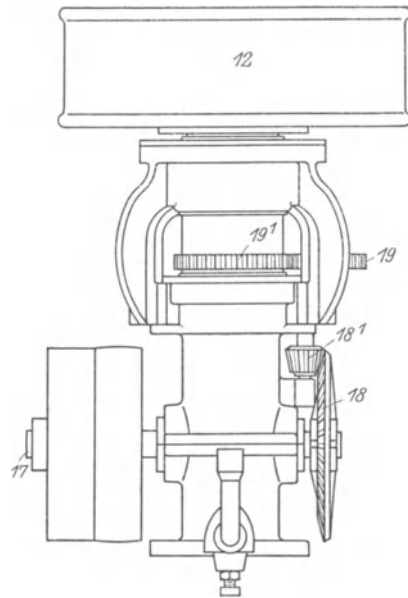


Fig. 451.

befestigten Kegelrades *18* (Fig. 451), welches in das Kegelrad *18¹* eingreift. Von diesem Kegelrad *18¹* wird das auf derselben Nebenwelle ruhende Stirnrad *19* angetrieben, welches in das an der äußeren Spindel *9* befestigte Stirnrad *19¹* eingreift. Die zu verspinnende Masse wird bei *A* in den Topf *8* eingefüllt. Dieser Topf ist am Umfang mit feinen Düsen *14* ausgerüstet, welche versetzt zueinander angeordnet sind. Durch die Schleuderkraft wird die Masse durch die Düsen hindurchgedrückt und in feinen Fäden an den Innenrand *15* des großen Topfes *12* geschleudert. Der große Topf *12*, der ebenfalls sehr schnell, aber gegenüber dem Topf *8* mit geringerer Umlaufgeschwindigkeit umläuft, wickelt die Fäden auf. Auf dem Wege von den Düsen *14* bis zum Innenrand *15* der äußeren Schleuder *12* haben die Fäden Gelegenheit, an der Luft zu erstarren.

Der aufgewickelte Spinnkuchen im äußeren Topf *12* wird, nachdem er eine geeignete Dicke hat, in verschiedene Teile zerschnitten und aus dem äußeren Topf herausgenommen.

der Topf kann einmal im Innern des oberen Teiles *13* der Außenschleuder und ein anderes Mal im Innern des unteren Teiles *14* der Außenschleuder laufen. Beide Außenschleudern *13* und *14* werden durch eine stehende Welle *15* angetrieben, welche eine in Kugellagern gelagerte Schnecke *16* besitzt. Die Übertragung von der Spindel *15* auf die Schleudern *13* und *14* erfolgt mittels eines Zahnkranzes *17* und Stirnräder *18*. Die Stirnräder *18* haben im Innern eine Kupplung *19*, die wechselweise die obere und untere Außenschleuder antreibt.

Der Arbeitsgang ist folgender: Die zu verspinnende Masse wird durch die Rohrleitung *20* und die Stopfbüchse *21* in den Topf *8* eingefüllt. Der Topf *8*, der etwa 5000 Umdrehungen macht, ist am Umfang mit versetzt angeordneten Düsen *22* ausgerüstet. Durch diese Düsen wird mittels eines gewissen Druckes, welcher durch die Schleuderkraft noch vergrößert wird, die Masse hindurchgepreßt. Die abgeschleuderten Fäden gelangen an die äußere Schleuder, welche der inneren Schleuder gegenüber mit etwas Nacheilung läuft, und werden hier aufgewickelt. Ist die eine Außenschleuder, beispielsweise die untere *14*, mit Fäden bis zu einem bestimmten Grade voll gesponnen, dann wird mittels des Handrades *12* und des Hebels *10* der Schleudertopf *8* in die obere Außentrommel *13* hineingeschoben. Durch diese Verschiebung wird aber gleichzeitig die Kupplung *19* aus dem Antrieb für die untere Trommel in den Antrieb für die obere Trommel geschoben und dadurch die obere Trommel angetrieben und die untere Trommel stillgesetzt. Die Verschiebung der Kupplung wird durch den Hebel *23* vermittelt. Die Innenschleuder *8*, die sich also jetzt in der oberen Außenschleuder *13* befindet, spinnst nun diese voll, während der Spinnkuchen in der stillstehenden unteren Trommel *14* in Stücke geschnitten wird und die Stapelfasern herausgenommen werden. Dieser Vorgang wiederholt sich wechselweise. Es wird also immer einmal die Trommel *14* und einmal die Trommel *13* stillgesetzt, während die Innenschleuder *8* im Betriebe bleibt und nur nach oben oder nach unten geschoben zu werden braucht. Die sich bei dem Ausschleudern bildenden Dämpfe werden durch den Stutzen *24* abgesaugt. Die Fäden der unteren Schleuder werden bei *25* entnommen, während die Kuchen der oberen Schleuder durch eine Öffnung *26*, die mit einer Klappe versehen ist, aus der Außenschleuder herausgenommen werden können.

Patentansprüche: 1. Spinnerschleuder mit zwei konzentrischen Schleudertöpfen nach Patent 400 931 dadurch gekennzeichnet, daß die äußere Schleudertrommel aus zwei oder mehreren Teilen (*13, 14*) besteht und die innere Schleudertrommel (*8*) axial verschiebbar ist, so daß sie einmal in dem einen Teil (*14*) und das andere Mal in einem anderen Teil (*13*) der Außenschleudertrommel arbeitet.

2. Schleuder nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Außentrommel (*13, 14*) unter Vermittlung einer Kupplung (*19*) angetrieben ist, die abwechselnd den einen Teil der Trommel zum Antrieb einschaltet und den anderen Teil vom Antrieb ausschaltet.

Patentanspruch: Spinnsehleuder mit zwei konzentrischen Schleudertöpfen zur Erzeugung von Kunstseidefäden oder Stapelfasern aus an der Luft erstarrenden, aus Zelluloselösung hergestellten Spinnmassen, dadurch gekennzeichnet, daß die äußere Schleudertrommel (12) der inneren (8) naheilt und die innere mit über ihren Umfang versetzt angeordneten Spinndüsen versehen ist.

1029. Düsseldorf-Ratinger Maschinen- u. Apparatebau A.-G. u. E. Wurtz, Düsseldorf-Ratingen. Spinnsehleuder.

D.R.P. 401 988 Kl. 29a vom 2. IX. 1923, Zus. zu D.R.P. 400 931.

Im Patent 400 931 (s. vorstehend) ist eine Doppelspinnsehleuder angegeben, welche aus zwei ineinander eingebauten Sehleudern besteht.

Gegenstand der Erfindung ist eine weitere Ausbildung dieser Einrichtung, insofern, als die äußere Trommel zweiteilig ausgebildet ist und die innere Trommel hoch und niedrig gestellt werden kann, um ein Arbeiten des Innenspinntopfes einmal auf dem unteren und einmal auf dem oberen Teil der Außentrommel zu ermöglichen. Die Maschine (Fig. 452) besteht aus einem Gehäuse 1, in welchem ein Schneckenrad 2 eingebaut ist, welches eine in Kugellagern 4 gelagerte Schnecke 3 antreibt. Die Schnecke, welche hohl ist, besitzt im Inneren eine Spindel 5, die bei 6 eingeklemmt ist und bei 7 elastisch lagert. Die Spindel 5 kann somit um den Punkt 6 als Einklemmungspunkt etwas federn, so daß sich bei der kritischen Drehzahl der Topf 8 selbsttätig einstellen kann. Um die innere Spindel 5, welche den Topf 8 antreibt, ist eine Außenspindel 9 angeordnet. Diese Spindel 9, auf welcher der Topf befestigt ist, ist verschiebbar eingerichtet und kann durch einen Hebel 10 mit Hilfe von Spindel 11 mit Handrad 12 verstellt werden. Die Außensehleuder besteht aus zwei Teilen 13 und 14. Mit Hilfe des Handrades 12 kann somit der Topf 8 hoch und niedrig gestellt werden, das heißt also,

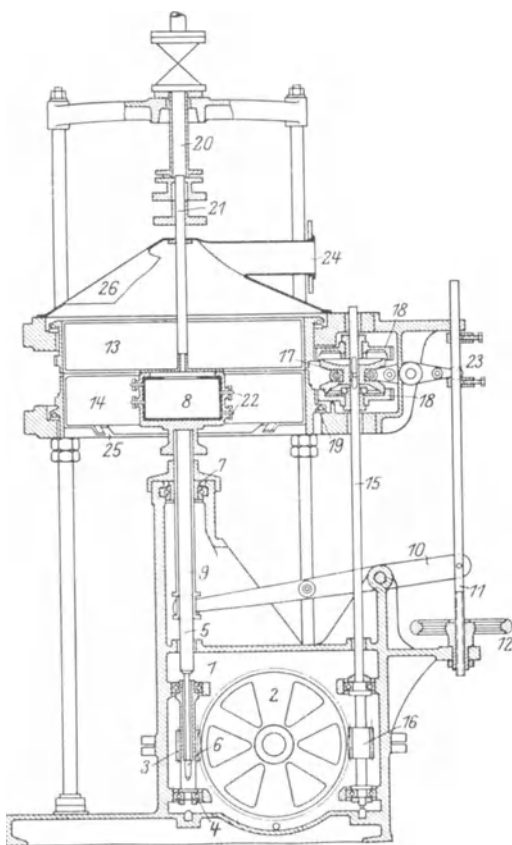


Fig. 452.

Die Außensehleuder besteht aus zwei Teilen 13 und 14. Mit Hilfe des Handrades 12 kann somit der Topf 8 hoch und niedrig gestellt werden, das heißt also,

3. Schleuder nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß durch eine gemeinsame Welle (11) die innere Schleuder (8) gehoben und gesenkt und gleichzeitig die Kupplung (19) für die Teile der äußeren Trommel (13, 14) gesteuert wird.

Die Herstellung hohler Kunstfäden.

Nach Hartogs.

1030. Dr. J. C. Hartogs, Amsterdam. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kunsthohlfäden mit einem oder mehreren Kernen.

D.R.P. 247 418 Kl. 29b vom 13. VII. 1911, übertragen auf N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Arnhem, (gelöscht).

Es sind bereits Versuche zur Herstellung von Kunsthohlfäden mit Kernen angestellt worden, sie haben jedoch nicht zum Erfolg geführt, weil die Innenwand des noch nicht vollkommen geronnenen Hohlfadens am Kern haftete, so daß das Merkmal eines Hohlfadens wieder verloren ging. Damit nun der einmal hergestellte Hohlfaden auch tatsächlich hohl bleibt, auch wenn ein Kern oder mehrere in den Faden gesponnen werden, wird gemäß vorliegendem Verfahren sowohl die Innenwand als die Außenwand des Hohlfadens und ebenso auch der Kern mit der Gerinnflüssigkeit während des Spinnens in Berührung gebracht, so daß sich an allen diesen Stellen eine geronnene Schicht bildet und ein Anhaften des Kerns an der Innenwand des Fadens verhindert wird. Ebenso wird, wenn mehrere Kerne hergestellt werden, jeder von diesen für sich mit einer geronnenen, vollkommen festen Umhüllungsschicht umgeben.

In der Zeichnung sind einige Beispiele von Vorrichtungen zur Ausführung des Verfahrens in vergrößertem Maßstabe dargestellt, und zwar ist Fig. 453 ein Längsschnitt durch eine Vorrichtung zum Spinnen eines Hohlfadens mit einem Kern, Fig. 454 ein Querschnitt durch den mit Kern versehenen Hohlfaden im Spinnrohr, Fig. 455 ein Längsschnitt durch eine Vorrichtung zum Spinnen von Hohlfäden mit mehreren Kernen und Fig. 456 ein Querschnitt durch den mit mehreren Kernen versehenen Hohlfaden im Spinnrohr.

Bei der bekannten Vorrichtung zum Spinnen hohler Fäden tritt die Spinnlösung aus einer Ringöffnung aus, während eine Gerinnflüssigkeit durch ein konzentrisch in die Ringöffnung eingesetztes dünnwandiges Rohr austritt. Es ist nicht erforderlich, daß das Rohr auf gleicher Höhe ausmündet wie die Wandung der Ringöffnung. Die Spinnflüssigkeit bildet somit einen Hohlfaden, dessen Hohlraum mit der Gerinnflüssigkeit gefüllt ist. Es ist ferner ein Gefäß derart um die Ringöffnung angeordnet, daß die darin befindliche Gerinnflüssigkeit die Außenfläche des Hohlfadens umspült. Die innere und die äußere Zylinderfläche des Hohlfadens werden demnach gleich nach der Herstellung koaguliert, d. h. mit einer festen geronnenen Schicht versehen. Das Zusammenkleben der Innenwände des Hohlfadens ist dadurch aus-

geschlossen. Der zwischen den geronnenen Schichten eingeschlossene Spinnstoff gerinnt dann allmählich durch Diffusion der Gerinnflüssigkeit.

Die in Fig. 453 dargestellte Vorrichtung zur Herstellung eines Hohlfadens mit Kern gemäß vorliegender Erfindung ist diesen bekannten Vorrichtungen ähnlich. Die Spinnlösung 1 tritt aus einer Ringöffnung 2 aus, während eine Gerinnflüssigkeit 3 durch ein konzentrisch in die Ringöffnung eingesetztes dünnwandiges Rohr 4 austritt, das auf gleicher oder anderer Höhe wie die Außenwandung 5 der Ringöffnung münden kann. Die Außenseite des so gebildeten Hohlfadens 6 wird durch die im Gefäß 7 befindliche Gerinnflüssigkeit umpült und erhärtet.

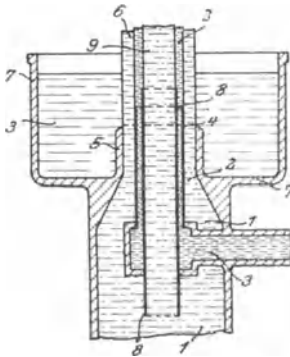


Fig. 453.

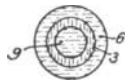


Fig. 454.

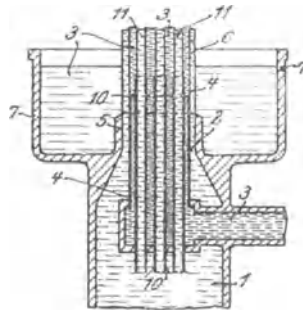


Fig. 455.

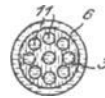


Fig. 456.

Soweit ähnelt die Vorrichtung den bekannten Vorrichtungen zur Herstellung von Hohlkäden ohne Kern. Der Unterschied liegt darin, daß innerhalb des Rohres 4 ein zweites Rohr 8 eingesetzt ist, welches auf derselben oder auf anderer Höhe ausmündet wie das Rohr 4 und konzentrisch darin angeordnet ist, wobei aber ein schmaler Zwischenraum frei bleibt, durch den die Gerinnflüssigkeit hindurchfließt. Das Rohr 8 ist durch den schräg oder wagerecht verlaufenden Teil des Rohres 4 hindurchgeführt und darin abgedichtet, so daß das Rohr 8 mit der Spinnflüssigkeit 1 in Verbindung steht. Es ist ersichtlich, daß durch diese Anordnung ein Hohlkaden 6 gebildet wird, dessen Außenfläche durch das im Behälter 7 befindliche Gerinnbad und dessen Innenfläche durch die aus dem Rohr 4 austretende Gerinnflüssigkeit koaguliert wird, während die Außenwand des durch das Rohr 8 gebildeten Kerns 9 ebenfalls durch die aus dem Rohre 3 fließende Gerinnflüssigkeit koaguliert wird. Der Kern 9 bleibt somit lose im Hohlkaden liegen, ohne an dessen Wänden anzuhafteu.

In vielen Fällen empfiehlt es sich, den Kern aus mehreren Fasern herzustellen; der Faden hat sodann die Steifheit von Kunststroßhaar,

während der biegsame Kern bei scharfer Umbiegung nicht bricht, auch falls der dickere Hohlfaden selbst geknickt werden sollte. Die Vorrichtung zur Herstellung von Hohlfäden mit zusammengesetztem Kern (Fig. 455) ist wieder in der Hauptsache dieselbe wie für Hohlfäden mit einfachem Kern (Fig. 453). Der einzige Unterschied ist, daß anstatt eines einzigen konzentrisch angeordneten Rohres 8 (Fig. 453) eine Anzahl Rohre 10 im Rohre 4 angeordnet ist. Es ist ersichtlich, daß auch bei dieser Anordnung die aus den Rohren 10 austretenden Kernfasern 11 ebenso wie die Außen- und Innenfläche des Hohlfadens selbst mit dem Gerinnbade in Berührung kommen und mit einer geronnenen Umhüllungsschicht versehen werden. Bei der Herstellung von Kunstfäden in der oben beschriebenen Weise kann das Spinnen und Strecken der Fäden gleichzeitig stattfinden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kunsthohlfäden mit einem oder mehreren Kernen, dadurch gekennzeichnet, daß während des Spinnens nicht nur die Außenwand und die Innenwand des Hohlfadens, sondern auch der Kern oder die Kerne mit der Gerinnflüssigkeit in Berührung kommen, wodurch beide Wände des Hohlfadens und der Kern oder die Kerne koaguliert werden und ein Zusammenkleben der Innenwand des Fadens mit dem Kern verhindert wird.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß innerhalb des Rohres, durch welches die Gerinnflüssigkeit zum Innern des Hohlfadens zugeführt wird, ein oder mehrere andere Rohre angeordnet sind, durch welche die Spinnlösung zur Bildung der Kerne austritt.

Nach Courtaulds Ltd. und Wilson.

1031. Courtaulds Ltd., London, und L. P. Wilson. Verfahren zur Herstellung röhrenförmiger Fäden aus Lösungen von Zellulose oder Zelluloseverbindungen und von zusammengesetzten Fäden sowie Vorrichtungen dazu.

Brit. P. 17 495¹⁹¹⁴.

Ein röhrenförmiger Faden wird erzeugt durch Fällen von Viskose, welche durch einen einstellbaren ringförmigen Schlitz um einen inneren Teil von gewünschter Form in ein Fällbad austritt, das zu der inneren und der äußeren Fläche der Fäden Zutritt hat. Zusammengesetzte Fäden können dadurch erhalten werden, daß man in das Innere des röhrenförmigen Fadens einen Faden einführt, der vorher in demselben Bade erzeugt sein und erforderlichenfalls gefärbt oder gezwirnt sein kann. (Zeichnung.)

Vgl. hierzu auch S. 557 und 796.

Nach Nagy.

1032. Dr. A. Nagy, Innsbruck. Verfahren zur Herstellung von Hohlfäden.

D.R.P. 328 050 Kl. 29a vom 29. IX. 1918 (gelöscht).

Zur Herstellung von sehr dünnen Hohlfäden wird der durch Lösen oder Erwärmen plastisch gemachte Rohstoff in einem Preßraum einem

Druck ausgesetzt, durch den er aus einer ringförmigen Öffnung in Form einer Röhre herausgepreßt wird. Zum Offenhalten der Rohrlichtung wird aus einer innerhalb des Ringes mündenden Öffnung ein Gas unter einstellbarem Druck in der Austrittsrichtung ausgetrieben. Nachdem die Masse den Preßraum verlassen hat, geht sie durch Abkühlen, Verflüchtigen des Lösungsmittels oder Diffusion aus dem flüssigen oder halbfesten Zustand endgültig in den festen über. Während dies geschieht, wird der jetzt noch verhältnismäßig dicke Hohlfaden durch Zug, ähnlich wie beim Ausziehen dicker Glasröhren zu feinen, ausgezogen, verlängert und verdünnt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Hohlfäden, dadurch gekennzeichnet, daß in die Fadenhohlung während der Fadenbildung ein Gas, zweckmäßig Luft, eingeleitet wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß auf den Faden, während seine Hohlung mit Gas gefüllt ist, ein Zug ausgeübt wird, der eine Streckung des Fadens hervorruft.

3. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1 mit ringförmiger Austrittsöffnung für die Spinnmasse, dadurch gekennzeichnet, daß konzentrisch innerhalb der Ringöffnung eine Gasaustrittsdüse angeordnet ist.

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Ringöffnung durch Verschrauben eines Kegels innerhalb einer Hohlkegelbohrung am Boden des Preßgefäßes verändert werden kann. (1 Zeichnung.)

Nach Drut.

1033. L. Drut, Villeurbanne, Rhône, Frankr. Kunstfäden.

D.R.P. 346 830 Kl. 29 b vom 16. V. 1920 (Prior. Frankr. 13. V. 1919); brit. P. 143 253; Ver. St. Amer. P. 1 394 270 (J. Ed. Brandenberger); franz. P. 509 723; norweg. P. 33 997; österr. P. 94 842; schwed. P. 54 974; schweiz. P. 94 835.

Die bekannten hohlen Kunstfäden besitzen eine durchgehende Rohrhohlung. Gegenstand der Erfindung ist ein hohler Kunstfaden, dessen Kennzeichen darin besteht, daß er nicht eine durchgehende röhrenartige Hohlung, sondern eine Reihe kleiner, selbständiger Hohlräume besitzt, die bei seiner Herstellung durch Hervorrufen von Blasen in der ihn bildenden Masse erzeugt werden. Diese Blasen sind also, selbst wenn sie eine längliche Form besitzen, durch Scheidewände voneinander getrennt, welche verhindern, daß beim Trocknen der Faden flach gedrückt wird. Zur Herstellung der Luftbläschen enthaltenden Kunstfäden kann jede beliebige Lösung benutzt werden, die sich zur Kunstfadenfabrikation eignet. Das Einschließen von Luftbläschen im Innern jedes Kunstfadens ändert völlig das Aussehen der Fäden oder der daraus hergestellten Waren und gibt ihnen Eigenschaften, die den vollen Kunstfäden fehlen. So sind z. B. die bekannten Kunstseiden schwer und durchscheinend, auch fühlen sie sich kalt an. Im Gegensatz hierzu ist der neue Faden leicht und lichtundurchlässig und fühlt sich sehr warm an. Bei der Herstellung des Fadens kann man die Menge der in seine Masse einzuführenden Luftbläschen beliebig einstellen und so dem Faden die mannig-

faltigsten Eigenschaften verleihen. Man kann ein Textilprodukt erzielen, das völlig das Aussehen der Wolle besitzt und sich genau wie Wolle anfühlt. Statt Luft kann man jedes andere Gas oder Gasgemisch benutzen, welches keine Wirkung auf die benutzten Lösungen ausübt, z. B. Sauerstoff, Wasserstoff, Stickstoff usw. Die Einführung der Luft- oder Gasbläschen in die Fäden kann unter Anwendung bekannter Mittel erfolgen, z. B. indem man die Lösung mit Luft durch Einblasen, Emulgierungsvorrichtungen, Injektoren, Schlagwirkung usw. emulgiert. Die gewonnene Emulsion besitzt genügend Haltbarkeit, um die Herstellung der Fäden mittels gewöhnlicher Spinn Düsen zu ermöglichen. Die Beständigkeit der Emulsion kann durch Zusatz von Seife, Eiweiß, Gelatine u. dgl. erhöht werden. Das Verfahren kann auch zur Herstellung zusammenhangloser Textilfasern benutzt werden, die auf mechanischem Wege zu Fäden versponnen werden.

Patentansprüche: 1. Aus den zur Herstellung künstlicher Fasern dienenden Lösungen, insbesondere aus Viskoselösungen, Kollodium, Gelatine, Zelluloseacetat usw. hergestellter Kunstfaden, dadurch gekennzeichnet, daß er in seiner ganzen Ausdehnung oder nur zum Teil Luft- oder Gasbläschen enthält, die durch Scheidewandungen voneinander getrennt sind und bei der Herstellung des Fadens in diesem erzeugt werden.

2. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden nach Anspruch 1, darin bestehend, daß man die zur Herstellung der Fäden bestimmte Lösung mit Luft oder Gas oder einem indifferenten Gasgemisch emulgiert und die gebildete Emulsion durch Düsen zu feinen Fäden ausstreckt, die teilweise oder völlig mit Blasen durchsetzt sind.

3. Verfahren nach Anspruch 2, darin bestehend, daß die Emulsion zu ununterbrochenen Erzeugnissen wie Tafeln, Streifen, Bändern, Filmen usw. ausgestreckt oder zu zusammenhanglosen Fasern verarbeitet wird, die auf mechanischem Wege zu Fäden versponnen werden.

Nach Rousset.

1034. J. Rousset, Nogent sur Marne (Seine), Frankr. Verfahren zur Herstellung von hohlem künstlichen Textilgut.

D.R.P. 370 471 Kl. 29b vom 16. XI. 1921; franz. P. 542 243; Ver. St. Amer. P. 1 427 330; brit. P. 189 973; österr. P. 97 502 (Alsa Société Anonyme, Basel); schweiz. P. 100 140.

Es ist bekannt, hohles künstliches Textilgut in der Weise herzustellen, daß man Emulsionen aus einer verspinnbaren Flüssigkeit und einem neutralen Gas zu Fäden ausstreckt. Zu den verspinnbaren Flüssigkeiten gehören in erster Linie alle Zelluloselösungen, also: Viskose, Kupferoxydammoniaklösungen, ferner Kollodium, Zelluloseacetat, ferner Gelatine usw. Bei Anwendung dieser Verfahrensweise lassen sich in der Praxis nur unvollkommene Produkte erzielen.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung hohlen künstlichen Textilgutes durch passende Behandlung der vorerwähnten Lösungen, insbesondere von Zelluloselösungen, gemäß welchem im Gegensatz zu dem, was bisher üblich war, nicht von einer aus der zu

verspinnenden Lösung und einem neutralen Gas bestehenden Emulsion ausgegangen wird. Dieses neue Verfahren besteht darin, daß man in der zu Fäden auszustreckenden Flüssigkeit Luft oder ein anderes Gas läßt, dieses Gas in gelöstem Zustande erhält, indem man die Lösung unter genügendem Druck hält und darauf durch eine vor oder beim Austritt der Flüssigkeit aus den Spinndüsen in der Flüssigkeit selbst herbeigeführte Entspannung besagtes Gas in Form von Blasen im Textilfaden erscheinen läßt. Das Erscheinen des gelösten Gases kann auch durch die Einwirkung von Wärme vor oder nach dem Verlassen der Spinndüse hervorgerufen werden. Natürlich kann man in der Praxis die Einwirkungen der Entspannung und der Wärme gleichzeitig oder nacheinander kombinieren.

Das Verfahren kann auch in der Weise abgeändert werden, daß man in die zu verspinnende Lösung einen Körper einbringt, welcher nach dem Verlassen der Spinndüsen Gasblasen in der Faser erzeugt, wobei diese Gasentwicklung durch chemische oder durch thermische Wirkung hervorgebracht wird. So kann z. B. der zu verspinnenden Lösung ein Alkalikarbonat einverleibt werden, welches sich in ihr auflöst, oder auch ein unlösliches, in fein verteiltem Zustande befindliches Karbonat. Durch diese Einverleibung werden in der in einem mehr oder weniger warmen und sauren Koagulationsbade aus der Düse austretenden Faser Gasblasen erzeugt, die entsprechend den Bedingungen, unter denen gearbeitet wurde, ein verschiedenes Aussehen besitzen. Das Alkalikarbonat ist hier nur beispielsweise angegeben. Es können natürlich auch andere Stoffe verwendet werden, die die Fähigkeit besitzen, durch chemische Wirkung die zur Bildung des hohlen künstlichen Textilgutes nötigen Gasblasen hervorzubringen. Zur Erzeugung von Gasblasen durch thermische Wirkung kann man beispielsweise so verfahren, daß in die zu verspinnende Lösung ein Körper eingebracht wird, der bei niedriger Temperatur keine Dämpfe entwickelt, während er in der Wärme solche erzeugt. Hierzu geeignete Körper sind z. B. mineralisches Leuchtöl, Schwefelkohlenstoff usw.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von hohlem künstlichen Textilgut, bei welchem unter Druck eine aus einer verspinnbaren Lösung gewonnene Emulsion zu Fäden od. dgl. ausgestreckt wird, welche Luft oder ein anderes Gas enthalten, dadurch gekennzeichnet, daß man entweder den Arbeitsvorgang so leitet, daß sich das Gas oder die Luft vor dem Passieren oder nach dem Verlassen der Spinndüse ausdehnt, oder daß man der zu verspinnenden Lösung einen Stoff zusetzt, der durch thermische oder chemische Wirkung Gasblasen entwickelt.

1035. J. Rousset, Nogent sur Marne, Seine, Frankr. Künstliches Textilgebilde und Verfahren zu seiner Herstellung.

D.R.P. 378 711 Kl. 29a vom 24. XI. 1921; brit. P. 189 638; Ver. St. Amer. P. 1 487 807 vom 25. III. 1924 (Société Alsa, Soc. anon., Basel); franz. P. 542 303; schweiz. P. 100 141.

Hohles künstliches Textilgut kann man in mannigfacher Weise erzeugen: Entweder durch Verspinnen (Ausziehen) einer Lösung, z. B. einer

aus mehr oder weniger reifer Viskose und Luft od. dgl. bestehenden Emulsion, welche die Fähigkeit besitzt, künstliches Textilgut zu liefern, oder durch Verspinnen einer Viskose, in welche ein Körper eingetragen wurde, der nach seinem Austritt aus der Spinnöse durch chemische Einwirkungen Gasblasen in der Faser zu erzeugen vermag, oder auch durch Verspinnen von Viskose, in welcher Luft oder ein anderes Gas aufgelöst ist, das bis nach oder kurz vor dem Verlassen der Spinnöse in gelöstem Zustande erhalten wird. In dieser Weise erhält man Fäden oder Streifen, in welchen nach ihrer Fertigstellung Gasblasen eingekapselt sind. Diese Blasen sind entweder voneinander getrennt oder schließen sich unmittelbar aneinander an. In letzterem Falle erhält man röhrenförmige Fäden, die mit dem benutzten oder durch Reaktion entwickelten Gas gefüllt sind.

Vorliegende Erfindung hat nun ein hohles Textilgebilde zum Gegenstande, das ununterbrochene oder unterbrochene Aushöhlungen besitzt oder auch aus losen Fasern besteht, und welches die gleichen Eigenschaften wie hohles Textilgut mit eingeschlossenen Gasen aufweist, jedoch mit dem Unterschied, daß ihm besondere Geschmeidigkeits- und Elastizitätseigenschaften innewohnen, durch die es einen hohen Grad von Bedeutsamkeit erlangt.

Das den Gegenstand der Erfindung bildende künstliche Textilgebilde wird in der gleichen Weise hergestellt, wie das oben erwähnte, entweder mittels einer mehr oder weniger ausgereiften Viskose oder einer aus einer anderen beliebigen Lösung und einem neutralen Gas, wie z. B. Luft, bestehenden Emulsion, oder mittels einer Viskose oder eines anderen Stoffes, der die Fähigkeit besitzt, während oder vor den Erstarrungsvorgängen ein Gas zu entwickeln, das eine hohle Faser erzeugt. Nach Gewinnung der hohlen Faser mit in ihrem Innern eingeschlossenem Gas wird das Produkt der Einwirkung eines Mittels unterworfen, welches das in der Faser enthaltene Gas zu kondensieren, aufzulösen oder zu absorbieren vermag. Die den hohlen Faden bildenden Wandungen erschaffen dann, d. h. sie sinken zusammen, dies zum mindesten nach erfolgter Trocknung, wobei das Produkt seine Starrheit einbüßt und neben bemerkenswerten Geschmeidigkeitseigenschaften auch Streckfähigkeit erlangt. Besteht das eingeschlossene Gas z. B. aus Luft, so genügt zur Erzielung dieses Ergebnisses die Verwendung von Wasser, aus dem durch Kochen die Luft ausgetrieben worden ist, oder es kann auch das Textilgut mit unter Druck stehendem Wasser behandelt werden. Bei Verwendung von Kohlensäure zur Erzielung hohler Fäden wird die Kohlensäure im allgemeinen durch das gewöhnliche Wasser oder durch die bei der Behandlung der Fäden benutzten Bäder nach dem Austritt der Fäden aus den Spinnösen leicht gelöst. Selbstverständlich kann das Gas vollständig oder nur teilweise ausgetrieben werden.

Beispiel 1. Nach der Fertigstellung eines Hohlfadens gemäß dem Verfahren der Patente 346 830¹⁾ oder 370 471 (s. vorstehend) wird dieser mit Gas gefüllte Hohlfaden in einem mit entlüftetem Wasser gefüllten Behälter getaucht. Zur Entlüftung dieses Wassers bedient man sich der hierzu üblichen Mittel, z. B. Kochen des Wassers und Abkühlung

¹⁾ Siehe S. 852.

unter Abschluß von Luft. Mittels eines Gitters oder einer beliebigen Vorkehrung werden die Fäden in untergetauchter Stellung im Behälter gehalten. Nach einigen Minuten, z. B. nach einer Viertelstunde, nimmt man das Gitter mit den Fäden heraus. Die Fäden besitzen jetzt ein spezifisches Gewicht, welches so hoch ist, daß sie von selbst bis auf den Boden des Behälters untertauchen. Die Fäden können mehrere Male hintereinander in verschiedene mit entlüftetem Wasser gefüllte Tröge untergetaucht werden, derart, daß sie vollständig mit Wasser angefüllt werden oder das in ihnen enthaltene Gas vollständig durch Wasser ersetzt wird. Die mit Wasser gefüllten Fäden können entweder sofort getrocknet und sofort von dem Wasser befreit werden, das sie enthalten, oder auch unmittelbar den Maßnahmen unterworfen werden, die bei Kunstfäden üblich sind, wobei durch die Schlußtrocknung das im Produkt enthaltene Wasser entfernt wird.

Beispiel 2. Nach erfolgtem Ausziehen der Hohlfäden werden diese paket- oder bündelweise zusammengeschlossen und in einen Autoklaven gebracht, darauf mittels eines Gitters in richtiger Lage festgehalten und



Fig. 457.



Fig. 458.



Fig. 459.



Fig. 460.

sodann mit Wasser überdeckt. Der Autoklav wird nunmehr geschlossen und ein Druck von 3—5 Atm. erzeugt. Die Einwirkung ist nach einigen Minuten beendet. Nach ungefähr einer Viertelstunde öffnet man den Autoklaven und nimmt die mit Wasser gefüllten Fäden heraus. Die wassergefüllten Fäden werden dann vor den weiteren Maßnahmen, wie sie bei der Behandlung von Kunstfäden üblich sind, oder erst nachher getrocknet.

Auf der Zeichnung sind verschiedene Fadenschnitte dargestellt.

Fig. 457 ist ein Schnitt durch einen vollen Faden *a*, aus künstlichem Textilgut, d. h. ein Schnitt durch einen gewöhnlichen, unter dem Mikroskop betrachteten Faden, Fig. 458 ist ein Schnitt durch einen hohlen Faden aus künstlichem Textilgut. Fig. 459 ist ein Schnitt durch einen hohlen Kunstfaden, aus dem das innere Gas teilweise, Fig. 460 ein Schnitt durch eine hohle Kunstfaser, aus der das Gas praktisch vollständig ausgetrieben worden ist.

Oben wurde bereits auf die Vorteile hingewiesen, die der Faden *c* zufolge Beseitigung der Starrheit sowie Steigerung der Elastizität und Geschmeidigkeit besitzt. Die Festigkeit des Produktes ist in mancher Hinsicht der des mit Gas gefüllten Fadens *b* ebenfalls überlegen. Insbesondere ist es die Einwirkung von etwas hohen Temperaturen, die letzterer schlecht verträgt, sei es, daß es sich um eine Trocknung in warmer Luft oder um die Behandlung der Faser in warmen Bädern handelt. Diese Maßnahmen verursachen nämlich häufig das Platzen von Blasen, wodurch die Faser geschwächt wird. Das nach dem neuen Verfahren gewonnene Produkt ist frei von diesem Übelstand.

Patentansprüche: 1. Künstliches Textilgebilde (Fäden, Streifen, Schweinsborsten, Roßhaar usw.), enthaltend eine beim Ausziehen der verspinnbaren Masse erzeugte Höhlung, deren Wandungen durch fast vollständiges oder restloses Austreiben in der Höhlung eingeschlossen gewesener Gase eine Erschlaffung erfahren haben, infolge welcher sie bis zur mehr oder weniger völligen gegenseitigen Berührung zusammengesunken sind.

2. Verfahren zur Herstellung von künstlichen hohlen Textilgebilden nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden zunächst in an sich bekannter Weise durch Verspinnen einer Lösung gewonnen werden, die entweder mit einem indifferenten Gas emulgiert ist oder in der ein Gas aufgelöst ist, welches die Fähigkeit besitzt, kurz oder sofort nach dem Verlassen der Spinndüse zu entweichen, oder der ein Stoff zugesetzt ist, welcher sofort nach dem Verlassen der Spinndüse durch chemische Reaktion ein Gas zu entwickeln vermag, worauf die in mehr oder weniger zusammenhängenden Blasen in den Fäden enthaltenen Gase durch ebenfalls an sich bekannte Mittel (Auflösung, Druckeinwirkung, Vakuum usw.) teilweise oder vollständig ausgetrieben werden.

Nach dem

1036. Ver. St. Amer. P. 1 464 048 vom 7. VIII. 1923, angem. 15. XI. 1921 desselben Erfinders wird in dem Faden ein Kern aus Flüssigkeit gebildet, der dann entfernt wird, wodurch die Wände des Fadens zusammenfallen.

Hohle Kunstfäden, die durch Verspinnen mit Kohlensäure durchgearbeiteten Kollodiums hergestellt sind, beschreibt noch das franz. P. 548 061 vom 1. III. 1922 von J. Delpech. (Siehe S. 36.)

Nach Société Alsa.

1037. Société dite: Alsa, Soc. anon., Basel. Verfahren zur Herstellung hohler glänzender Fäden.

Franz. P. 577 369 vom 13. IV. 1923; Ver. St. Amer. P. 1 544 631 (J. E. Brandenberger, Neuilly s. Seine); schweiz. P. 108 045; brit. P. 214 197.

Für die Herstellung hohler, richtige Röhren bildender Fäden aus Viskose, welche Luft oder ein anderes neutrales Gas gelöst oder suspendiert oder einen nach dem Verspinnen im Fadeninnern Gas entwickelnden Stoff enthält, wird eine schwach gereifte Viskose verwendet, die nicht koaguliert, wenn man sie in eine 7%ige wäßrige Kochsalzlösung einlaufen läßt. Der Reifungsgrad wird nach der Deniernummer des Fadens eingestellt; je feiner der Faden ist, desto niedriger ist der Reifungsgrad.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

1038. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung schlauchartiger Zellulosehäute aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 367 972 Kl. 29b vom 2. X. 1921.

Bei der Herstellung von Zelloseschläuchen aus Zelluloselösungen muß auch die Innenwand von der Fällungsflüssigkeit gespült, koaguliert

werden, damit sie nicht verklebt. In der Patentschrift 247 418¹⁾ und der britischen Patentschrift 17 495^{1914 2)} finden sich Beschreibungen von Vorrichtungen, die hierzu dienen. Bei der Ausführung dieser Verfahren bewegt sich das Fällungsbad mit dem Schlauch zusammen fort. Um die weitere Bearbeitung der Schläuche zu erleichtern, erschien es erwünscht, das innere Fällungsbad nur eine kurze Strecke weit auf die Schlauchwände einwirken zu lassen. Dies ließ sich durch eine besondere Anordnung der Badzuführung ermöglichen, ohne die Schlauchwand zu beschädigen, und zwar dadurch, daß man durch eine besondere Röhrenanordnung dem eingeleiteten Bade wieder Gelegenheit gibt, rückläufig abzufließen. Man kann das Bad im gleichen Sinne wie die Abzugsrichtung des Schlauches eintreten lassen. Besser noch führt man es im Gegenstrom. Eine einfache Vorrichtung ist folgende.

Eine ringförmige, in das äußere Fällungsbad (Spinnbadwanne 5 Fig. 460) eintauchende Düse 1 dient in bekannter Weise als Mündung der Stoffzufuhr. Im Inneren der Zufuhrleitung 2 und Düse ist ein Glas-

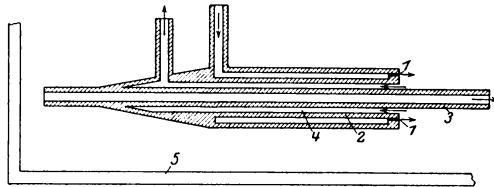


Fig. 461.

rohr 3 angeordnet, das ein Stück über sie hinausragt. Durch das Glasrohr wird das Fällungsmittel für die innere Seite des Schlauches eingeführt, strömt infolge des Zusammenfallens des Schlauches auf dem Aufwickelorgan rückläufig entgegen dem Gang des koagulierenden Schlauches in dem Zwischenraum 4 zwischen Glasrohr und Düseninnenwandung zurück und wird aus diesem abgeleitet. Der Schlauch wird hierbei koaguliert und nimmt weiterhin noch soviel Bad mit, daß ein Zusammenkleben nicht mehr stattfindet. Er ist aber praktisch innen leer und kann auf Walzen oder Trommeln aufgewickelt und leicht weiter behandelt werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung schlauchartiger Zellulosehäute aus Zelluloselösungen durch Einwirkung der üblichen Fällungsmittel auf das Innere wie das Äußere des Schlauches, dadurch gekennzeichnet, daß man dabei dem in das Innere des Schlauches eingeführten Fällungsmittel durch geeignete Röhrenanordnung Gelegenheit gibt, eine bestimmte Strecke auf den Innenschlauch einzuwirken und dann rückläufig wieder auszutreten.

Vgl. ferner über Hohlfäden S. 36. Nr. 31., S. 557. Nr. 659., S. 636. Nr. 794., S. 796. Nr. 970.

1) Siehe S. 849. 2) Siehe S. 851.

Aufwickel-, Zwirn- und Abspulverfahren und -vorrichtungen, Spinnspulen und -walzen, Haspel, Fitzen.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

1039. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Aufwickeltrommel für Fäden.

D.R.P. 236 584 Kl. 76d vom 24. II. 1910; franz. P. 426 089.

Die Erfindung ermöglicht es, den Faden in selbsttätigem Betriebe kontinuierlich seitwärts zu fördern. Der Faden läuft in Form einer Schraubenlinie um diese Trommel herum, wird an dem einen Ende stets in derselben Ebene bleibend erfaßt und aufgewickelt und sofort seitlich befördert. Er kann auf diesem Wege einem bestimmten Prozesse unterworfen werden, beispielsweise kann er mit Chemikalien behandelt, ausgewaschen oder getrocknet werden. Am Ende der Trommel läuft der Faden dann — auch wieder stets in derselben Ebene — kontinuierlich ab und kann als fertiges Erzeugnis einer Haspel- oder Zwirnvorrichtung zugeführt werden.

In der Textilindustrie, besonders in der Herstellung künstlicher Textilfäden als geklebte strohartige Bändchen, ebenso in der Herstellung von Kunstseide nach bekannten Verfahren ist es erforderlich, im Laufe des Herstellungsvorganges den Faden einer ganzen Reihe von Behandlungen zu unterwerfen. Beispielsweise muß bei dem strohartigen Bändchen zunächst eine Reihe von Fäden zusammengeklebt und dieses zusammengeklebte Bündel unter stetiger Beibehaltung der Länge getrocknet werden. Ähnlich ist es bei den bekannten Verfahren der Kunstseideherstellung erforderlich, die Fäden einer ganzen Reihe von Prozessen nacheinander zu unterwerfen und sie dabei stets in Spannung zu halten. Die bis jetzt bekannten Verfahren zur Herstellung derartiger Fäden stellen alle einen mehr oder weniger unterbrochenen Betrieb dar, indem man den Faden auf Haspel oder auf Spulen gibt, die in ihrem Material den betreffenden Chemikalien, mit denen der Faden behandelt werden muß, angepaßt werden müssen und dadurch mitunter zu großen Unbequemlichkeiten führen. Ohne Zweifel ist es ein erstrebenswertes Ziel, für diese Prozesse einen kontinuierlichen Betrieb zu erzielen, d. h. den Faden der Reihe nach durch die einzelnen Prozesse hindurchzuführen, ohne daß ein Umspulen oder Umhaspeln erforderlich wird. Meist scheitern derartige Versuche daran, daß die Einwirkung der betreffenden Chemikalien zu lange Zeit dauern muß und eine Maschine, die den Faden in kontinuierlichem Betrieb und in gerader Linie durch verschiedene Prozesse führen sollte, eine praktisch nicht verwendbare Länge haben müßte. Die vorliegende Erfindung gibt dagegen die Möglichkeit, diese große Länge des Fadens in die Form einer Schraubenlinie zu bringen und dadurch die ganze Vorrichtung in außerordentlicher Weise zusammenzudrängen und zugänglich zu machen.

Der grundsätzliche Arbeitsvorgang, der durch die im folgenden beschriebene Vorrichtung geleistet werden soll, ist der, daß ein Faden auf

einen trommelartig umlaufenden Körper aufgewickelt und dabei derart seitwärts in Richtung der Längsachse der Trommel verschoben werden soll, daß er stets in einer Ebene *A—A* auf- und in einer seitwärts in

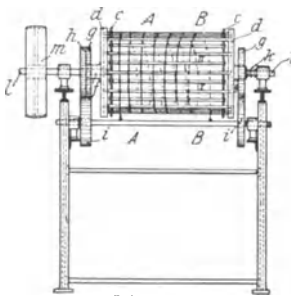


Fig. 462.

beliebiger Entfernung gelegenen parallelen Ebene *B—B* abgewickelt wird (Fig. 462), ohne dabei einer gesonderten zweiten Trommel mit Seitenverschiebung der Stäbe zu bedürfen, und ohne daß ein Kreuzen und

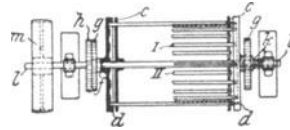


Fig. 463.

Verfangen der Fäden stattfindet. Es wird dies dadurch erreicht, daß man zwei Gruppen von Trommelsegmenten ineinanderbaut. Nimmt

man zunächst an (an Hand der Fig. 462—465), daß Gruppe II fest ist, d. h. aus Segmenten besteht, welche fest in zwei Scheiben *c* befestigt sind, dann wird System *I* durch radiale Schlitze der Scheibe *c* (s. Fig. 464), lose in der Kurvenscheibe *d* (Fig. 465—467) geleitet — immer parallel

bleibend —, die folgenden Bewegungen ausführen: 1. Eine Bewegung radial nach außen, 2. eine Bewegung axial nach der Seite hin, 3. eine Bewegung radial nach innen und 4. axial entgegengesetzt der Bewegung 2. Somit wird 1. der Faden durch die Segmentgruppe *I* erfaßt, so weit, bis er frei von der Oberfläche der Gruppe *II* wird.

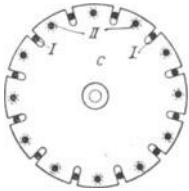


Fig. 464.

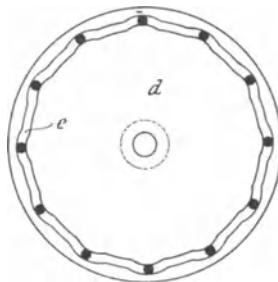


Fig. 466.

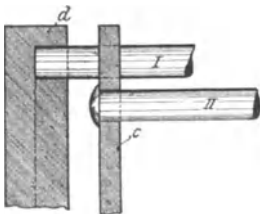


Fig. 465.



Fig. 467.

weglichen Segmentgruppe befindliche Faden wird um das gewünschte Maß in Richtung der Trommelachse verschoben. 3. Der Faden wird wieder von Gruppe *I* der Gruppe *II* abgegeben. 4. Die nunmehr von dem Faden freie bewegliche Gruppe *I* kehrt wieder in ihre Anfangsstellung zurück.

Eine besondere Ausbildung dieses Bewegungsprinzips würde sich z. B. folgendermaßen gestalten. Die feste Segmentgruppe besteht aus Stäben, die an zwei Scheiben *c* (Fig. 462—465) befestigt sind. Die beweglichen Segmentstäbe sind lose durch die radialen Schlitze der festen Kopfscheiben *c* (Fig. 464) geführt und erhalten ihre Bewegung

radial zur Trommel und parallel zur Trommelachse durch zwei Kurvenscheiben d (Fig. 462, 463, 465, 466 und 467), die Kurvenrinnen e nach Fig. 466 und 467 tragen. Die Kurvenscheiben d besitzen angegossene Büchsen f (Fig. 462 und 463). Auf diesen Büchsen sitzt je ein Zahnrad g , welches mittels Differentialtriebes von der Hauptwelle l und Riemscheibe m durch die Zahnräder h und i angetrieben wird. Die Zähnezahlen sind beispielsweise so zu wählen, daß bei einer Gesamtumdrehung der Trommel die beweglichen Segmente um $\frac{1}{12}$ des Umfanges zurückbleiben. Die Gestalt der Kurvenscheiben d ist aus Fig. 466 und 467 zu entnehmen. Es geht aus der Zeichnung ohne weiteres hervor, daß die in den Schlitzen der Scheibe c (Fig. 464) radial verschiebbaren Stäbe der beweglichen Gruppe den Wellenbergen und Wellentälern der Kurve folgen müssen und so einmal einen größeren oder einen kleineren Um-

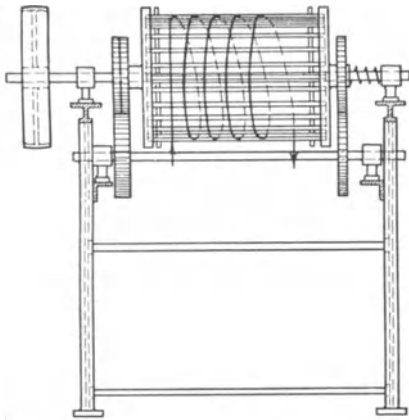


Fig. 468.

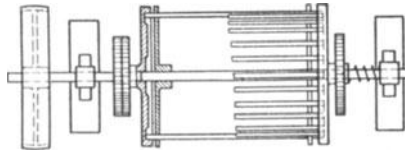


Fig. 469.

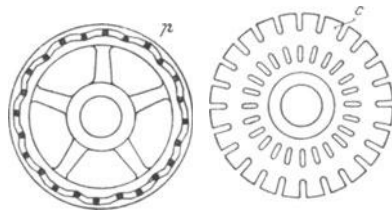


Fig. 470.

Fig. 471.

fang als die feste Stabgruppe besitzen werden. Die Trommelsegmente werden einmal über die festen Stäbe gehoben, einmal unter diesen verschwinden. Um nun mit der Kurvenscheibe d auch gleichzeitig eine axiale Verschiebung ausführen zu können, sind auf dem Grunde der Kurvenrinne Erhöhungen und Vertiefungen eingelegt (Fig. 467), denen die beweglichen Segmentstäbe folgen müssen. Um vorzeitigem Verschleiß der Stäbe vorzubeugen und eine größere Genauigkeit der Bewegungen zu erhalten, wird die eine Kurvenscheibe durch eine Feder k (Fig. 462 und 463) angedrückt. In der teilweisen Abwicklung dieser Rinne (Fig. 467) sind einige Stellungen der beweglichen Stäbe angegeben.

Anstatt einer festen und beweglichen Stabgruppe können auch die Stäbe beider Gruppen in Schlitzen der Scheibe c (Fig. 471) durch Kurvenscheiben geführt werden, und zwar so, daß, wenn die radiale Bewegung ausgeführt ist, die eine Gruppe ihre höchste, die andere ihre tiefste Stellung einnimmt. Diese Art der Ausführung ist in den Fig. 468 und 469 niedergelegt. Durch entsprechende Gestaltung der Kurvenscheiben p (Fig. 470) wird es möglich, bei dem Arbeitsvorgang eine Dehnung des Fadens vollständig zu vermeiden. Die Gestalt der Schlitz-

scheibe für diese besondere Art der Ausführung ist in Fig. 471 dargestellt. Für den Fall, daß man bei dieser Anordnung gleiche Verschiebung erzielen wollte wie bei der ersten geschilderten Ausführung mit einer festen Stabgruppe, müßte bei einer Umdrehung der Trommel das Voreilen der Scheibe *c* (Fig. 471) gegenüber der Kurvenscheibe *p* (Fig. 470) um $\frac{2\pi}{24}$ stattfinden.

Patentansprüche: 1. Aufwickeltrommel für Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberfläche der Trommel in zwei Gruppen von Segmenten zerlegt ist, welche radial zur Trommel und parallel zur Trommelachse bewegt werden und dabei wechselweise den aufgewickelten Faden erfassen und unter Seitwärtsverschiebung gegenseitig wieder abgeben.

2. Aufwickeltrommel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die eine Segmentgruppe aus Stäben besteht, welche fest in zwei Scheiben (*c*) (Fig. 462—465) sitzen, die andere Gruppe aus Stäben, die in Schlitzen dieser Scheiben (*c*) geführt sind und ihre Bewegungen durch Kurvenscheiben (*d*) erhalten.

3. Aufwickeltrommel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß beide Segmentgruppen aus beweglichen Stäben bestehen, die in radial geschlitzten Scheiben (*c*) (Fig. 471) geführt sind und ihre Bewegungen durch Kurvenscheiben (*p*) erhalten.

1040. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Aufwickeltrommel für Fäden.

D.R.P. 239 821 Kl. 76d vom 26. V. 1910, Zus. z. P. 236 584.

Das Patent 236 584 (s. vorstehend) betrifft eine Aufwickeltrommel für Fäden, die es ermöglicht, den Faden in selbsttätigem Betriebe kontinuierlich seitwärts zu fördern. Die Oberfläche dieser Aufwickeltrommel ist in zwei Segmentgruppen von Stäben zerlegt, welche radial zur Trommel und parallel zur Trommelachse bewegt werden, dabei wechselweise den aufgewickelten Faden erfassen und unter Seitwärtsverschiebung gegenseitig wieder abgeben. Eine weitere Ausbildung dieser Auf-



Fig. 472.

wickeltrommel soll nach vorliegender Erfindung darin bestehen, daß zur Erzielung verschieden großer Trommeldurchmesser in Richtung der Trommelachse die einzelnen Stäbe der Trommel Ausbiegungen oder verschieden große Durchmesser od. dgl. erhalten. Sollte es beim Umlaufen des Fadens um die Trommel wünschenswert erscheinen, an einer Stelle der Trommel eine Spannung oder Entspannung des Fadens zu erhalten, so kann man dies dadurch erreichen, daß man an gewünschter Stelle den Trommeldurchmesser auf die oben angegebene Weise vergrößert oder verringert. Eine beispielsweise Ausführung ist in Fig. 472 dargestellt, in welcher die Veränderung des Trommeldurchmessers durch

Einlegen T-förmiger Segmentstäbe erreicht wird, deren Auflagerkante ansteigt und wieder abfällt.

Patentanspruch: Aufwickeltrommel für Fäden nach Patent 236 584, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzielung verschieden großer Trommeldurchmesser in Richtung der Trommelachse die einzelnen Stäbe der Trommel Ausbiegungen oder verschieden große Durchmesser erhalten.

1041. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Aufwickeltrommel für Fäden.

D.R.P. 239 822 Kl. 76d vom 26. V. 1910, Zus. z. P. 236 584.

Vorliegende Erfindung hat die Verbesserung einer Aufwickeltrommel für Fäden zum Zweck, wie sie in dem Hauptpatent 236 584¹⁾ beschrieben ist. Diese Aufwickeltrommel nach dem Hauptpatent ermöglicht es, einen Faden in selbsttätigem Betriebe kontinuierlich seitwärts zu fördern.

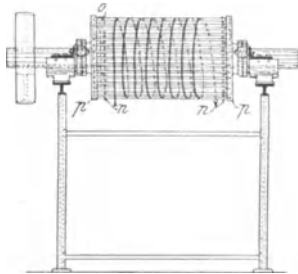


Fig. 473.

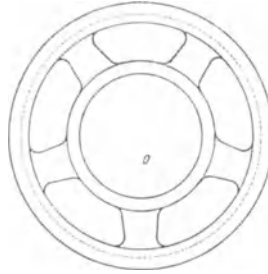


Fig. 475.

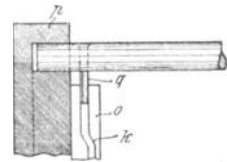


Fig. 477.

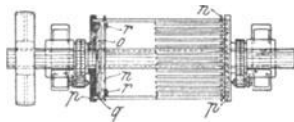


Fig. 474.



Fig. 476.

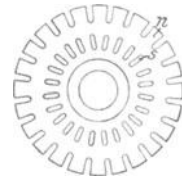


Fig. 478.

Zu diesem Zwecke ist die Oberfläche der Trommel in zwei Gruppen von Segmenten zerlegt, die radial zur Trommel und parallel zur Trommelachse bewegt werden.

Das Wesen der vorliegenden Erfindung besteht darin, daß zwecks Erzielung einer axialen Bewegung der Segmente diese mit Stiften versehen sind, die in einer besonderen zylindrischen Kurve laufen. Eine schematische Gesamtanordnung der Aufwickeltrommel ist aus Fig. 473 und 474 ersichtlich, und zwar zeigt Fig. 473 eine Ansicht der Aufwickeltrommel von vorn und Fig. 474 eine Ansicht von oben (teilweise geschnitten). Fig. 475 stellt die Kurvenscheibe zur Vermittlung der axialen Bewegung dar; aus Fig. 476 ist die Anordnung der Kurvenrinne ersichtlich. Fig. 477 zeigt die Führung eines Segmentstabes in den zwei nebeneinander angebrachten Kurvenscheiben für axiale und vertikale Bewegung, und Fig. 478 eine Scheibe für die unbeweglichen Segmentstäbe. Die axiale Verschiebung der Segmentstäbe wird nicht

¹⁾ Siehe S. 859.

wie nach dem Hauptpatent durch wechselseitig entsprechende Erhöhungen und Vertiefungen am Grunde der Kurvenrinne zweier gegenüberstehenden Scheiben bewerkstelligt, sondern diese Bewegung wird durch Stifte q (Fig. 474 und 477) herbeigeführt. Diese Stifte werden in einer Zylinderkurve k (Fig. 476 und 477) geführt, die auf dem Umfang einer an p (Fig. 474 und 477) befestigten Scheibe o ausgefräst ist. Durch diese Anordnung und Verwendung einer besonderen Kurvenscheibe zur Erzeugung der axialen Bewegung wird ein geringer Verschleiß der Segmentstabsköpfe erzielt, die Bewegung wird genauer, auch ohne die Verwendung einer Feder. Um ein Drehen der Segmentstäbe um ihre eigene Achse zu verhindern, werden sie mittels eines Sicherungsstiftes r (Fig. 474) in den kleinen geschlossenen Schlitzen s der Scheibe n (Fig. 478) geführt.

Patentanspruch: Aufwickeltrommel für Fäden nach Patent 236 584, dadurch gekennzeichnet, daß zwecks Erzielung einer axialen Bewegung der Segmente dieselben mit Stiften versehen sind, die in einer besonderen zylindrischen Kurve (k) laufen.

Nach Girard.

1042. P. Girard. Spinneinrichtung, mit der man die Elastizität und Plastizität der durch Fällen von Zelluloselösungen erhaltenen Fäden, Fasern oder Filme erhöhen kann.

Franz. P. 451 913; belg. P. 247 209; brit. P. 4596¹⁹¹³.

Das allgemein übliche Verfahren zur Erzeugung von glänzenden Fäden, Filmen usw. aus Zelluloselösungen besteht darin, daß man die Lösungen beim Austreten aus den Spinnöffnungen in einem geeigneten Bade fällt und die erhaltenen Fäden oder Filme auf Vorrichtungen aufnimmt, die sich mit einer bestimmten Geschwindigkeit drehen. Handelt es sich z. B. um Fäden, so gehen diese über eine bestimmte Anzahl von Fadenleitern, die zwischen den Spinnöffnungen und den Spulen angeordnet sind und den Zweck haben, die Fäden zu führen und gleichmäßig auf den Spulen zu verteilen. Bei dieser Arbeitsweise nun wird der Faden gewissen ziehenden Kräften ausgesetzt, die mit der Schnelligkeit des Aufwickelns und der Zahl und Lage der verschiedenen Fadenleiter, die auf seinem Wege angeordnet sind, wachsen. Dieses Ausziehen ist schädlich für die Eigenschaften des Fadens, besonders für seine Elastizität und Plastizität. Die Erfindung bezweckt nun, diese Schädigungen auf ein Mindestmaß herabzusetzen, dabei aber die Spinn- und Aufwickelgeschwindigkeiten zu erhöhen, also die Produktion der Maschinen zu vergrößern. Dies wird erreicht durch Einrichtungen und Mittel, die nachstehend beschrieben sind. Gewöhnlich gehen die Fäden, die aus den Spinnöffnungen a (Fig. 479) kommen, über einen ersten festen Fadenleiter b , der aus einem Glasstab besteht und von da auf einen Fadenführer c , der sich hin und her bewegt parallel zur Achse der Bobine, auf die der Faden sich aufrollt. Nach der Erfindung wird der Fadenleiter b durch einen Arm e mit der Stange f verbunden (Fig. 480), die den Fadenführer trägt, so daß die hin und her gehende Bewegung,

die dem Fadenführer *c* erteilt wird, auch auf den Leiter *b* übertragen wird; die Entfernung zwischen *b* und *c* bleibt immer dieselbe. Meistens besteht der Leiter *b* aus einem möglichst dünnen Glasstabe, besser noch

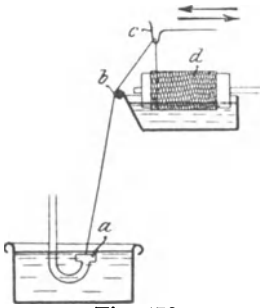


Fig. 479.

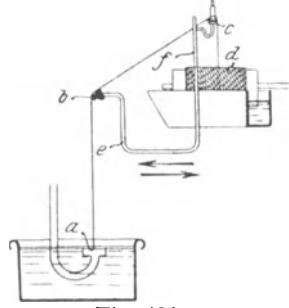


Fig. 480.

aus einem Stabe mit dreieckigem Querschnitt (Fig. 481), der, falls es erwünscht ist, mit leichten Rollen *g* aus Ebonit, Glas, Porzellan oder anderem Stoff versehen ist, die sich leicht drehen (Fig. 482). Der Fadenführer *c* besteht aus einer Spitze aus Metall, Glas oder anderem Stoff, die eine Verdickung *c*¹ trägt (Fig. 483), auf welcher eine Glasröhre *h* ruht. Sie dreht sich sehr leicht auf dem Teile *c*² des Führers. Der Faden, der über die Röhre *h* geht, erteilt ihr eine Drehbewegung, die fast vollständig die Streckkräfte aufhebt, denen der Faden bei den früher benutzten Vorrichtungen ausgesetzt war. Dieser Führer mit drehender Röhre kann in verschiedener Art ausgeführt werden, z. B. wie in Fig. 484



Fig. 481.

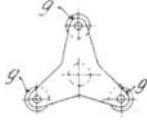


Fig. 482.

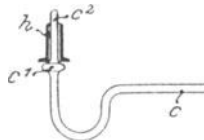


Fig. 483.

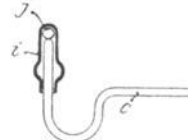


Fig. 484.

gezeichnet mit einer Kappe *i*, die sich auf einer Kugel *j* am Ende der Spitze von *c* dreht. Beim direkten Spinnen wickeln sich die aus der Spinndüse austretenden Fäden auf Spulen *d* auf, der Leiter *b* dient dann nur zur Führung.

Eine ähnliche Einrichtung betrifft das

brit. P. 28 103¹⁹¹²; franz. P. 450 985 von Fr. Küttner.

Dort liegen aber die beiden Fadenführer in gleicher Höhe.

Nach Manquat.

1043. J. Manquat, Lyons. Verbesserungen an Maschinen zum Winden künstlicher Seide.

Brit. P. 12 710¹⁹¹².

Um beim Spinnen künstlicher Seide die Produktion zu steigern, verwendet man gewöhnlich zwei Spulen. Ist die eine genügend bewickelt, so wird die andere schnell in Tätigkeit gesetzt, damit der Betrieb keine

Unterbrechung erleidet. Dies geschieht bisher von Hand, aber wenn der Arbeiter auch noch so geschickt ist, zeigen sich doch immer Unterschiede in der Menge und Beschaffenheit der Fäden auf der ersten und letzten Spule, es zeigt sich, daß sie nicht alle zu derselben Zeit ausgerückt sind, und daß die Umfangsgeschwindigkeit einer vollen Spule größer ist als die einer frischen für eine konstante Winkelgeschwindigkeit. Außerdem erfordert das Umschalten von Hand viel Zeit, da eine große Zahl Spulen unter der Aufsicht eines Arbeiters steht. Die Erfindung bezweckt, die genannten Übelstände zu beseitigen, sie ermöglicht, zu derselben Zeit alle vollen Spulen an einer Seite der Vorrichtung auszurücken und zu derselben Zeit alle leeren Spulen einzurücken. In der Zeichnung stellt Fig. 485 eine Seitenansicht und Fig. 486 einen

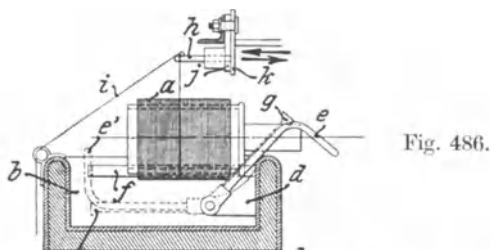


Fig. 486.

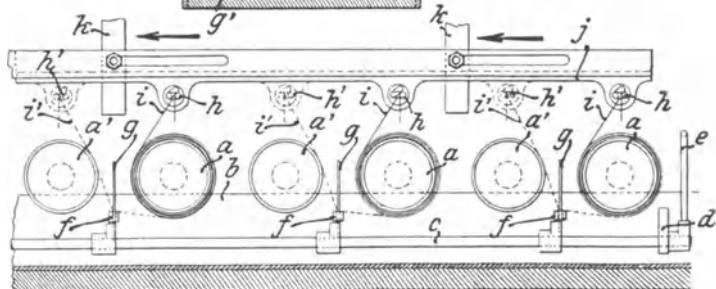


Fig. 485.

Querschnitt durch die Maschine dar; a' bezeichnet die leeren Spulen, b den Behälter mit dem Koagulierungs- und Fixierungsbade, in den die Spulen teilweise eintauchen. Durch den Behälter geht in der Längsrichtung eine Stange c , die von Trägern d gehalten wird und durch einen Handgriff e axial bewegt werden kann. Zwischen jedem Rollenpaar a und a' sind Platten f von U-förmigem Querschnitt angebracht. Sie sind fest mit der Wand des Behälters b verbunden. Auf der Stange c sitzen ferner Messer g , die sich drehen, wenn der Handgriff e bewegt wird und zwischen die Schenkel der Platten f greifen. Die Glasringe oder Fadenführer h , durch die die verschiedenen Fäden i, i' gehen, sind an einem Träger j befestigt, der in der Längsrichtung von dem Arbeiter hin und her geschoben werden kann. Der Umfang der Bewegung ist ungefähr gleich der Entfernung zwischen den Achsen der einzelnen Spulen. Der Träger j ist an Stangen k befestigt. Die Vorrichtung arbeitet in folgender Weise: Die Glasringe h befinden sich in der Stel-

lung, die in Fig. 485 in vollen Linien gezeichnet ist, die Spulen *a* werden bewickelt, während die Spulen *a'* in Ruhe sind. Sind die Spulen *a* vollständig bewickelt, so werden die Spulen *a'* eingeschaltet, darauf werden die Messer *g* in die mit vollen Linien gezeichnete Stellung gehoben und der Träger *j* von rechts nach links verschoben, so daß die Fadenführer die in der Fig. 485 in gebrochenen Linien gezeichnete Stellung einnehmen. Werden in diesem Augenblick die Messer *g* dadurch niedergedrückt, daß man den Handgriff *e* in die in Fig. 486 mit *e'* bezeichnete Lage bringt, so werden die Fäden *i* zerschnitten und kommen in Berührung mit den Spulen *a'*. Sie bleiben an ihnen haften und werden nun auf sie ebenso aufgewickelt wie vorher auf die Spulen *a*. Sind die Spulen *a'* bewickelt, so wird der Träger *j* nach rechts verschoben, wodurch die Bewegung umgekehrt wird.

Nach Société anonyme des Celluloses Planchon.

1044. Société anonyme des Celluloses Planchon, Lyons. Verbesserungen an Maschinen zur Herstellung künstlicher Seide oder ähnlicher Fäden.

Brit. P. 13 360¹⁹¹³; franz. P. 468 809; Ver. St. Amer. P. 1 093 146 (Planchon); D.R.P. 321 493 Kl. 29a vom 2. V. 1914 (Prior. Frankreich 2. V. und 20. XII. 1913), (gelöscht).

Die Erfindung bezieht sich auf die Art Vorrichtungen, bei denen die Fäden von den Spinnröhren auf Bobinen oder Spulen aufgewickelt werden. Bei solchen Maschinen ist es bekannt, ein Paar Spulen diametral gegenüber auf einem Träger anzubringen, der frei auf einer wagerechten Welle, die die Spulen durch ein geeignetes Getriebe antreibt, angeordnet ist. Der Träger kann um 180° gedreht werden, so daß, wenn die eine Spule voll ist, die andere in die Anfangsstellung für das Aufwinden gebracht werden und die volle weggenommen und durch eine leere ersetzt werden kann. Bei diesen Maschinen werden die Träger auf der Welle von Hand oder durch Sperrklinken od. dgl. gedreht, durch Mechanismen, die den Träger von der Welle frei machen und ihn wieder damit verbinden, wenn er entsprechend gedreht ist. Nach der Erfindung werden die Träger automatisch in geeigneten regelmäßigen Zwischenräumen durch die Wirkung der Maschine gedreht. Fig. 487 zeigt eine Ansicht der Maschine nach der Erfindung, Fig. 488 eine Oberansicht von Fig. 487, Fig. 489 einen Schnitt nach *A—A* der Fig. 487, und Fig. 490 zeigt die Vorrichtung, durch die der Faden beim Wechsel der Spulen automatisch abgerissen wird. Die Spulen *1*, *1a* sind paarweise auf doppelten Trägern *2* angeordnet, die sich um eine wagerechte Welle *3* drehen können. Die Spulen haben Seitenteile *11* und werden mit einer dünnen Lage nicht gekreuzter Fäden bewickelt. Die Spulen sind von ihren Trägern leicht zu lösen, Federn *2a* (s. Fig. 489) halten sie fest. Die verschiedenen Träger sind untereinander und mit der Scheibe *4* durch Verbindungsstücke *5* verbunden. Durch diese Stücke kann eine beliebige Zahl von Rollenpaaren verbunden werden. Die Rolle *4* ist ferner verbunden mit einer Muffe *6*. Diese trägt eine Knagge *7* und eine Scheibe *8* mit zwei diametral gegen-

überliegenden Anschlägen 9 und 9 a. Das Ganze kann frei um die innere Welle 3 sich drehen. Die Welle 3, die von der Scheibe 10 gedreht wird, hat neben den Seitenteilen 11 der Spulen Friktionsrollen 12, die die Spulen entsprechend der Schnelligkeit, mit der die Fäden gebildet werden, in Umdrehung versetzen. Die Fäden werden auf der Oberfläche der Spule durch die Fadenführer 14 a auf der Schiene 14 verteilt. Die Schiene 14 trägt an ihrem Ende das Gewinde 15, das in der Fassung 16 in dem Zahnrad 17 läuft, wodurch die Schiene 14 in der einen oder

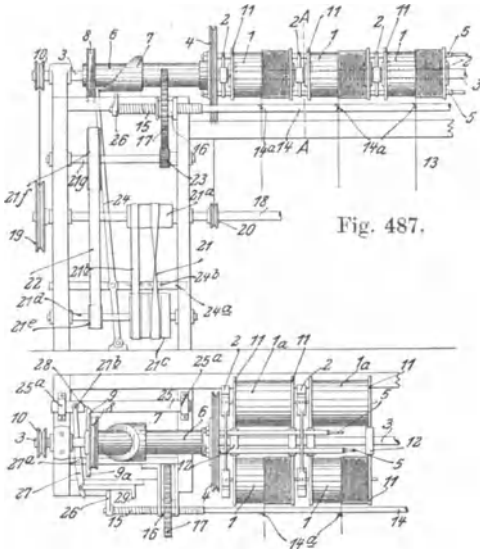


Fig. 487.

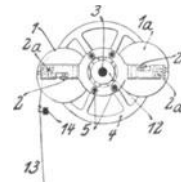


Fig. 489.

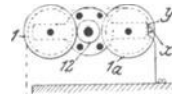


Fig. 490.

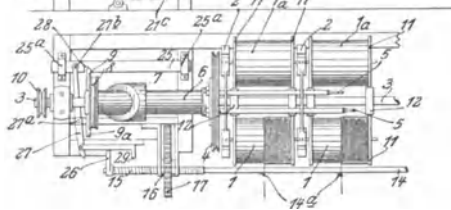


Fig. 488.

anderen Richtung verschoben wird. Die Welle 18 treibt die Welle 3 durch die Scheiben 19 und 10, außerdem sämtliche Spulen durch die Scheiben 20 und 4. 18 treibt ferner die Fadenführerschiene 14 durch ein Riemenumkehrgetriebe aus den Riemenscheiben 21 a auf der Welle 18, vollen und gekreuzten Riemen 21 b und 21, festen und losen Scheiben 21 c auf der Welle 21 d, Riemen 22, Rolle 21 f auf der Welle 21 g und Zahnrad 23 ebenfalls auf 21 g. Die Umkehrung des Riemen wird bewirkt durch die Knagge 7, die den Hebel 24 bewegt, der durch eine nicht gezeichnete Feder an die Knagge angedrückt wird. Der Hebel 24 ist an der Führungsleiste 24 a angelenkt, welche die Führungsstifte 24 b für die Riemen trägt.

Die Vorrichtung arbeitet in folgender Weise: Die Spulen und die Knagge 7 werden durch einen der Anschläge 9 gehalten, der auf einer Schiene 25 ruht, die in Führungen 25 a gleitet. Die Spulen 1 werden von rechts nach links bewickelt, die Spulen 1 a laufen leer. Ist die Bewicklung der Spulen 1 fast fertig, so kommt das Ende 15 der Fadenführerschiene 14 an den Schluß seiner Bewegung nach links, stößt mit dem Anschlag 26 an den Hebel 27, der bei 27 a angelenkt ist und mit

seinem anderen Ende bei *27 b* auf der Schiene *25* sitzt, und verschiebt die Schiene *25* nach rechts. Die Schiene *25* hat einen Einschnitt *28*, der den Anschlag *9* durchläßt und ermöglicht, daß die Knagge *7* und der Spulenrahmen durch die Rolle *4* gedreht werden. Sie führen eine halbe Umdrehung aus, worauf der Anschlag *9 a* an die Schiene *25* stößt, deren Einschnitt *28* nach rechts verschoben ist. Bei dieser halben Umdrehung nehmen die leeren Spulen *1 a*, ohne daß sie aufhören, sich zu drehen, den Platz der vollen Spulen *1* ein und werden bewickelt, und zwar von links an. Die Knagge *7* hat auch eine halbe Umdrehung gemacht und hat die Bewegungsrichtung der Schiene *14* umgekehrt, die Fadenführer bewegen sich nun von links nach rechts. Während die Spulen *1 a* bewickelt werden, werden die Spulen *1* entfernt und durch leere ersetzt. Ist die Bewicklung beinahe vollendet, so stößt der Anschlag *26* an den Vorsprung *29*, der mit dem Hebel *27* verbunden ist, die Schiene *25* wird nach links verschoben und läßt den Anschlag *9 a* durch, und die oben geschilderten Bewegungen werden in umgekehrtem Sinne wiederholt. Der Faden reißt nicht genau in dem Augenblicke des Stellungswechsels der Spulen ab. Kehrt sich der Rahmen um, so läuft der Faden tangential zu den beiden Spulen, wie in Fig. 490 gezeichnet ist, und läuft einen Augenblick weiter auf die Spule *1 a*, die hinten liegt. Der Stift *x* der Spule *1 a* greift hinter eine exzentrische Feder *y*, die als Bremse wirkt und gleichzeitig die Spule etwas von der Treibrolle *12* entfernt, so daß sie sich nicht weiterdreht und der Faden an der vorderen Spule hängenbleibt und ohne Hilfe des Arbeiters zwischen den beiden Spulen abreißt.

Das D.R.P. sieht auch den Antrieb der Fadenführerschiene *14* durch eine Kurvennutscheibe vor. Seine Ansprüche lauten:

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum selbsttätigen Auswechseln der Spulen oder Haspel für Maschinen zum Spinnen künstlicher Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß die selbsttätige Auswechslung der auf drehbaren Trägern symmetrisch angeordneten Spulen von einer hin und her bewegten Schraubenspindel (*15*) aus ohne Antriebsunterbrechung der Arbeitsteile bewirkt wird und die Fadenführerschiene (*14*) durch unmittelbare Verbindung mit dieser Schraubenspindel (*15*) ihren Antrieb erhält.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Fadenführerschiene (*14*) von einer besonderen Kurvennutscheibe ihren Antrieb erhält.

Das franz. Zusatzpatent 19 588 beschreibt eine Vorrichtung, den Faden auch in Kreuzwicklung aufzuspulen.

Nach Rheinische Kunstseide-Fabrik A.-G.

1045. Rheinische Kunstseide-Fabrik A.-G., Köln a. Rh. Maschine zum Abspulen von künstlichen Seidenfäden von stehenden Spulen.

D.R.P. 218 586 Kl. 29a vom 15. VII. 1908 (gelöscht).

Die Maschine bezweckt, die künstlichen Seidenfäden oder Fadenbündel, welche bei der Herstellung auf Spulen oder zylinderförmige

Walzen aufgewickelt werden, derart von stehenden Spulen abzuspulen, daß die Fadenbündel keinen starken Zug auszuhalten haben. Durch das rasche Abziehen der Fadenbündel werden sie in eine sich drehende Bewegung versetzt, die ein Abschwingen der Fadenbündel von der Spule verursacht. Um den bei diesem Abschwingen entstehenden Fadenballon

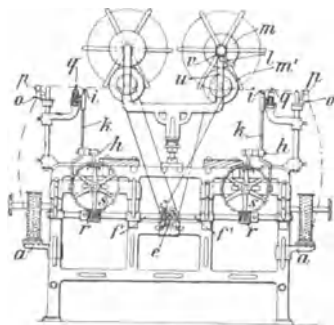


Fig. 491.

der Schwere des noch feuchten Fadens entsprechend so regeln zu können, daß der ablaufende Faden den Spulenrand nicht berührt, ist gemäß der Erfindung die lotrecht über der Ablaufspule angeordnete Fadenführungsöse in der Höhe einstellbar.

Fig. 491 ist eine Seitenansicht, Fig. 492 eine Vorderansicht der Maschine. An beiden Längsseiten der zweiseitig arbeitenden Maschine werden die gewellten Spulen, die zur Herstellung von künstlichen Fäden dienen, auf konische Holzstücke *z*, welche auf den

Laufbrettern *a* angebracht sind, in bekannter Weise aufgesteckt. Die Kronen, welche die ablaufenden Fäden aufnehmen, befinden sich auf dem mittleren höheren Teil der Maschine. Die Ösen und das Leitrollchen sind auf einem gemeinsamen Trägerarm angeordnet, welcher durch eine Stellschraube höher oder niedriger eingestellt werden kann. Hierdurch ist es möglich, den noch etwas feuchten Faden durch das schnelle Abziehen infolge seiner Zentrifugalkraft so weit abschwingen zu lassen, daß er die Spulenränder nicht streift. Auf diese Weise können Fäden jeder Stärke durch das Abschwingen von der Spule entfernt werden.

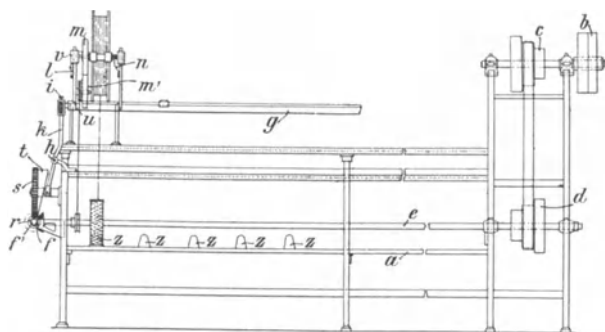


Fig. 492.

Der Antrieb der Maschine erfolgt durch die Riemenscheibe *b* und wird weiter durch die Stufenscheiben *c*, *d* auf die Welle *e* übertragen, welche die Bewegung durch ein Kegelräderpaar auf Welle *f* und *f'* weitergibt. Das auf jeder dieser Wellen angeordnete Schneckengetriebe *r*, *s* versetzt durch die am Schneckenrad *s* angebrachte Kurvenscheibe *t* (Fig. 492) die Führungsstangen *g* in die zum Aufwickeln der Fäden nötige

Hin- und Herbewegung, wodurch diese gleichmäßig zueinander auflaufen. Die Hebelvorrichtung h ermöglicht, indem durch eine Stellschraube i der Hebel k verkürzt oder verlängert und dadurch sein Angriffspunkt an der Stange g tiefer oder höher gestellt wird, ein Aufwickeln der Fäden innerhalb einer bestimmten Fläche. Hierdurch hat man es in der Hand, die Fäden in kleineren oder größeren Abständen untereinander auflaufen zu lassen. Die Kronen haben Einzelantrieb, der von der Welle e aus durch Schnurriemen oder Reibungsscheiben erfolgt. Das Ein- und Ausschalten der Kronen wird auf folgende Weise bewirkt: Die Achse der Seitenkrone ist auf der einen Seite in einer vorgekröpften Feder n gelagert und auf der anderen in einem auf einem senkrechten Flacheisenständer u verschiebbaren Schlitten v . Auf der Achse der Krone sitzt gleichzeitig das Reibungsrad m , das einen (in der Zeichnung nicht dargestellten) Mitnehmerstift trägt, gegen den die Feder n die Krone drückt, die auf diese Weise von dem Reibungsrad m mitgenommen wird. Der Schlitten v ruht auf dem Kopf des Hebels l , der exzentrisch drehbar an dem Ständer u gelagert ist, und durch einen Ausschlag des Hebels l nach unten oder oben wird auch der Schlitten v senkrecht nach unten oder oben verschoben. Durch diese Bewegung kann die Berührung der Reibungsräder m und m^1 aufgehoben und dadurch die Krone angehalten werden.

Die Wirkungsweise der Vorrichtung ist folgende: Das Fadenende der auf den Laufbrettern aufgesteckten Spulen wird durch die Öse o über das Leitröllchen p und Öse q geführt und um das Ende eines Kronenarmes geschlungen. Durch Hebel l bringt man das Reibungsrad m in Verbindung mit dem Reibungsrad m^1 , welches seinen Antrieb durch Schnurriemen von der Welle e aus erhält. Durch den verhältnismäßig großen Umfang der Kronen gegenüber dem der Spulen wird schon bei geringer Umdrehungszahl der Krone der Faden mit genügender Geschwindigkeit von der Spule abgezogen und in kreisender Bewegung von der Spule abgeschwungen.

Patentanspruch: Maschine zum Abspulen von künstlichen Seidenfäden von stehenden Spulen, dadurch gekennzeichnet, daß die lotrecht über der Spulenachse angeordnete Fadenführungsöse in der Höhe einstellbar ist, so daß die Fäden infolge ihrer Zentrifugalkraft so weit abschwingen können, daß sie den oberen Spulenrand nicht berühren.

Nach Mertz.

1046. E. Mertz, Basel. Vorrichtung zum Spulen künstlicher Seide oder anderen Textilmaterials.

Schweiz. P. 34 742.

Von den Spulen, auf die die Seide bei der Fabrikation aufgewickelt worden ist, werden die Fäden auf kleinere Spulen umgespult, von wo sie gezwirnt werden können. Die zu diesen kleinen Spulen gehörenden Fadenführer erhalten durch an der Führungsstange angebrachte Hebel, die durch Räder von verschiedenem Umfange angetrieben werden, eine hin und her gehende Bewegung, deren Umfang innerhalb zweier End-

punkte allmählich ab- und zunimmt, wodurch die Enden der bewickelten Spulen eine konische Form erhalten und eine gute Kreuzung der einzelnen Fadenlagen erzielt wird. (4 Zeichnungen.)

Nach Fougeirol.

1047. E. Fougeirol. Drehbare, mit Kappe versehene Achse zum Abspulen künstlicher Seide.

Franz. P. 337 693.

Das Abspulen künstlicher Seide geschieht bisher so, daß die Glaswalze, auf die die Seide bei der Herstellung aufgewickelt wurde und auf der sie nachbehandelt, gewaschen und getrocknet wurde, senkrecht gestellt, der Faden über einen senkrecht über der Achse der Walze angeordneten Führer abgezogen und auf einer Holzspule aufgewickelt wird. Der Faden reibt sich dabei an den Rändern der Walze, die nicht ausgebrochen sein dürfen, und durch dies Reiben wird der Faden leicht rau. Der Erfinder ordnet nun innerhalb der Glaswalze eine drehbare Achse an, die an ihrem oberen Ende eine über die Ränder der Glaswalze übergreifende Kappe aus z. B. poliertem Zink trägt. Jede schädliche Reibung des Fadens auf seinem Wege zwischen Glaswalze und Holzspule wird hierdurch vermieden. (1 Zeichnung.)

Nach Fox und Myers.

1048. Th. W. Fox, Clarendon Crescent, und W. Myers, Acresfield. Verbesserung an Vorrichtungen zur Behandlung künstlicher Fäden.

Brit. P. 1022¹⁹¹¹.

Man kennt Vorrichtungen zur Herstellung künstlicher Fäden, bei denen der Faden von der Spule abgewunden, durch die Drehung der Spulenträger gezwirnt und schließlich gehaspelt wird und die einzelnen Maßnahmen gleichzeitig ausgeführt werden. Ferner sind Vorrichtungen bekannt, bei denen der Faden gezwirnt und gehaspelt wird, die Haspel aber für sich beweglich sind. Vorliegende Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung, bei der der Faden von der Spule abgewunden, durch die Drehung des Spulenträgers gezwirnt, bei seinem Gange durch die Maschine mit Wasser, Säure oder einer anderen Flüssigkeit behandelt und schließlich gehaspelt wird und diese einzelnen Maßnahmen gleichzeitig ausgeführt werden. Die zu beiden Seiten der Vorrichtung angeordneten aufrecht stehenden, drehbaren Spulenträger sind von Spritzblechen umgeben, die die von den bewickelten Spulen bei der Drehung abgeschleuderte Flüssigkeit auffangen. Der über den Spulenkopf abgezogene Faden wird durch die Drehung der Spule gezwirnt, er geht dann über einen Fadenführer nach dem Haspel, der verstellbare Arme hat und durch Reibungsräder bewegt wird. Durch einen Fußhebel kann der Haspel ein- und ausgeschaltet werden. Zwischen dem Fadenführer hinter der Spule und einem Fadenführer vor dem Haspel ist ein Gefäß mit Wasser oder Säure angeordnet, in welchem sich eine Walze dreht, die die Flüssigkeit auf den Faden überträgt. Oder der Faden wird durch geeignete Führung durch die Flüssigkeit geleitet. (3 Zeichnungen.)

Nach Vereinigte Köln-Rottweiler Pulverfabriken.

1049. Vereinigte Köln-Rottweiler Pulverfabriken, Berlin. Spinn- und Haspelpvorrichtung zur Herstellung von künstlichen Fäden.

D.R.P. 344 748 Kl. 29a vom 18. IV. 1919 (gelöscht).

Die Erfindung betrifft eine einfache Vorrichtung, welche besonders auf eine große Produktion bei geringstem Arbeiterbedarf und großer Übersichtlichkeit hinzielt.

Fig. 493.

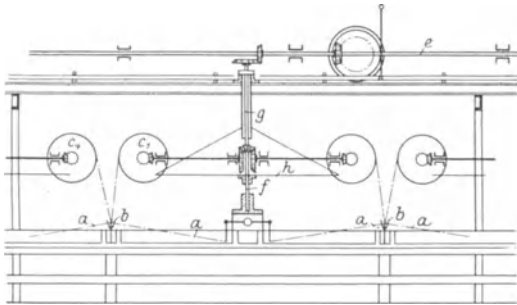


Fig. 494.

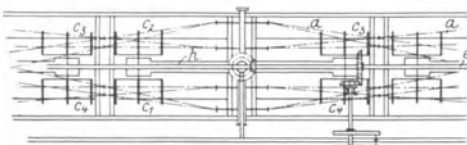
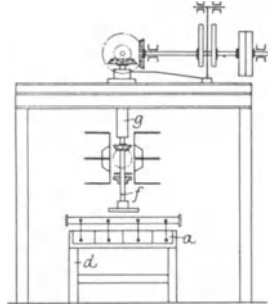


Fig. 495.

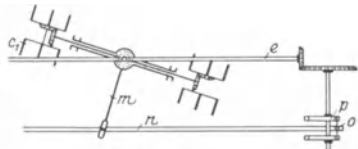


Fig. 498.

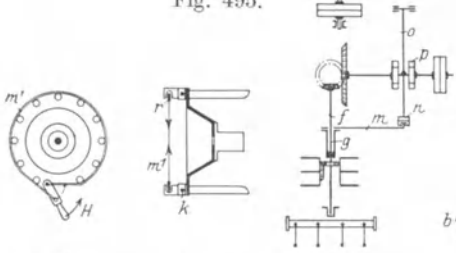


Fig. 500.

Fig. 499.

Fig. 497.

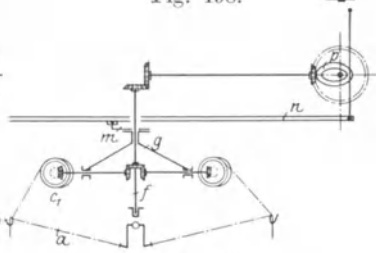


Fig. 496.

Es ist für eine rasche und gründliche Vornahme der Wäsche und chemischen Behandlungen der Fäden Voraussetzung, daß die frisch gesponnenen Zöpfe vom Haspel nicht abgeschnitten werden, sondern als ganze, endlose Wickel erhalten werden.

Fig. 493 ist eine Seitenansicht der Gesamtanlage, Fig. 494 ein Querschnitt, Fig. 495 der Grundriß; Fig. 496 bis 498 zeigen den Bewegungsmechanismus der Haspel in Seitenansicht, Querschnitt und Grundriß, Fig. 499 und 500 in Seiten- und Vorderansicht die Exzentervorrichtung zum Umklappen der Haspelsprossen. Der aus einer Spinndüse bekannter Art in eines der bekannten Fällbäder austretende Fadenstrang *a* durchläuft das Fällbad in fast wagerechter

Richtung, um an dessen Ende unter einer Führung aus Glas b hindurch annähernd senkrecht nach oben geführt zu werden. Der Strang läuft alsdann in bequem erreichbarer Höhe abwechselnd auf die beiden Haspel eines voneinander in vollkommen selbständiger Weise angeordneten Haspelpaares c^1, c^4 auf. Die länger oder kürzer gehaltenen Spinnbäder sind der Länge nach in der Spinnrichtung zu Reihen aneinander gestoßen, sind also von der Seite her auf das bequemste zugänglich. Zur Vereinfachung der Masse- und Badspeisung stoßen die Bäder paarweise mit dem Rücken aneinander, d. h. die Spinnrichtung ist immer paarweise die entgegengesetzte. Über der Bäderreihe hinweg erstreckt sich die allgemeine Antriebswelle e , von welcher aus die senkrecht über den Spinnpfeifen nach unten verlaufende, hängende Welle f , durch Kugeldrucklager gestützt, in Drehung versetzt wird. In ihrem oberen Teil verläuft diese senkrechte Welle in einer Hohlwelle g , welche durch geeignete Zugstangen das Pendeln der Haspel bewirkt. Die Last des Lagerbalkens h wird durch eine Büchse aufgenommen, die von der durch Kugeldrucklager gestützten Welle f getragen wird. Am Ende dieses Tragbalkens h ist der Haspel drehbar gelagert. Die Übertragung des Antriebes auf den Haspel erfolgt durch Rollen- oder Winkelgetriebe bekannter Art. Zweckmäßig werden an einem solchen Traggestell nach beiden Seiten hin je zwei Haspel angeordnet. Die Lage und Drehrichtung des Haspels oder aller vier in gleicher Weise gelagerten Haspel ist so, daß der Faden um die Glasführung herum etwa einen Winkel von 90° bildet.

Es war eine Eigenart der bisherigen Spinnmaschinen, daß der Faden mittels einer besonderen Fadenführung vor dem Haspel pendelnd hin und her geführt wurde, um so eine gleichmäßige Dicke des Wickels über die ganze Haspelbreite hinweg zu erzielen. Die Erfindung sieht von einer solchen beweglichen Fadenführung ab, sie beläßt vielmehr den Strang auf seinem Wege im Fällbad in ein und derselben Zugrichtung. An die Stelle einer besonderen Fadenführung tritt eine langsam pendelnde Horizontalbewegung des Haspels, welche, von einer Kurvenscheibe p erzeugt, mittels der Schubstange n , durch einen einfachen Hebel m auf jede der Hohlwellen g übertragen wird. Die Pendelbewegung des Haspels wird so groß bemessen, als es die gewünschte Breite des Wickels erfordert. Die Bewegung der Schubstange n erfolgt durch die Exzenterstange o . Um den Wickel nun mühelos vom Haspel herunterzunehmen, ist der letztere einseitig, d. h. fliegend gelagert und auf seiner Rückseite mit einer einfachen Kupplung zum Aus- und Einrücken versehen. Ferner sind die einzelnen Sprossen des Haspels ebenfalls fliegend und um ein jeweils in der Grundplatte des Haspels liegendes Scharnier k (Fig. 499) drehbar gelagert, so daß sämtliche Sprossen nach Bedarf konisch nach vorn zusammengeneigt eingeklappt werden können. Zu diesem Zweck zeigt jede Sprosse über dem Drehpunkt nach hinten hinaus eine kurze Verlängerung, deren Ende mit Loch und Röllchen r versehen ist, durch welche ein Drahtseil m^1 rundläuft. Das letztere kann durch Exzenterhebel H nach Belieben gelockert oder angezogen werden. Ist das Seil angezogen, so liegt jede Sprosse mit dem kurzen Hebelende

auf einem Anschlag auf und damit in der während des Haspelns vorgeschriebenen Mantellinie des Haspelzylinders. Die Fixierung oder Lockerung der Haspelsprossen mittels eines Handgriffes kann natürlich auch auf andere Weise erreicht werden, z. B. durch irgendwelche Übertragung einer gemeinsam betätigten Exzentribewegung nach Art der Irisblende od. dgl. Ist der Haspel c^1 genügend stark bewickelt, so wird der Fadenstrang abgerissen und mit einer kurzen Handbewegung auf den Haspel c^4 des Nachbargestells übergeführt. Nach dem Ausrücken des Haspels und Einklappen der Haspelsprossen kann alsdann der Strang mühelos abgenommen und der Wäsche zugeführt werden. Der auf c^4 geführte Faden wird dann wieder auf den leeren Haspel c^1 gebracht. Je nach Bedarf können, um die Bedienung zu vereinfachen oder die Anzahl der Haspel zu verringern, zwei Fadenstränge aus zwei nebeneinanderliegenden Bädern auf einen Haspel aufgewickelt werden. Die Vorrichtung hat außer der Einfachheit den Vorzug, daß sämtliche maschinell bewegten Teile über dem Säurebad liegen, also von tropfender Säure u. dgl. nicht benetzt und zerstört werden.

Patentansprüche: 1. Spinn- und Haspelvorrichtung zur Herstellung von künstlichen Fäden, Kunstseide, Stapelfaser, Roßhaar u. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß der über dem Fällbad hängende Haspel eine Pendelbewegung in horizontaler Ebene ausführt und je zwei Haspel (z. B. c^1 und c^4) einander benachbart so angeordnet sind, daß der Faden vorübergehend von dem aufgewickelten Haspel auf den benachbarten herübergelegt wird, so daß ein ununterbrochenes Weiterspinnen gesichert ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Haspel nach der Arbeitsseite zu mit konisch zusammenklappbaren Haspelsprossen ausgestattet sind, die in die parallel gerichtete Arbeitsstellung durch eine auf der Rückseite des Haspels angeordnete, einfache Exzentervorrichtung gebracht werden.

Nach Küttner.

1050. Fr. Küttner, Kunstseidenspinnerei, Pirna, Elbe. Vorrichtung zum Aufwickeln von Kunstfäden.

D.R.P. 357 137 Kl. 29a vom 7. III. 1920.

Das Führen von Kunstfäden beim Aufspulen geschah bisher in der Weise, daß man zwangsweise einen Faden auf eine rotierende Aufwickelvorrichtung führte, um Bewicklungen in etwa 100 mm Breite herzustellen, derart, daß der hin und her gehende Fadenführer den Hub der entsprechenden Wicklungsbreite erhielt.

Die Erfindung besteht darin, daß der Hub der Fadenführung ein Vielfaches der Wicklungsbreite beträgt, was dadurch erreicht wird, daß eine durch Nocken unterbrochene Leiste zwischen Fadenführer und Aufwickelvorrichtung angebracht ist. Kommt der Faden beim fortlaufenden Hub des Fadenführers an einem Nocken zur Anlage, so wird er eine Zeitlang in seinem Schalthub aufgehalten, bis er schließlich, durch den Zug des Fadenführers veranlaßt, über den Nocken hinweg-

gleitet. Der Nockenbreite entspricht dann der Abstand zweier Wicklungen. Fig. 501 stellt einen mit Nocken versehenen Führungsstab (Leiste) beispielsweise dar, Fig. 502 einen Querschnitt durch ihn, Fig. 503 die Anordnung des Nockenstabes zwischen Fadenführer und Wickelvorrichtung. In den zwischen die Nocken a geratenen Teil b legt sich beim Fortschalten des Fadenführers A Faden neben Faden auf die Wickelvorrichtung; sobald die Fäden an die Nocken b kommen, werden sie zunächst zurückgehalten, eine Wulst auf der Wickelvorrichtung B bildend, bis dann beim weiteren Hub des stetig fortschreitenden Fadenführers sich ein entsprechender Winkel α (Fig. 503) zwischen Faden und Nockenleiste gebildet hat, so daß der Faden durch den Zug des Fadenführers genötigt ist, über den Nocken schnell wegzurutschen, bis er an der Leiste

Fig. 501.

Fig. 502.

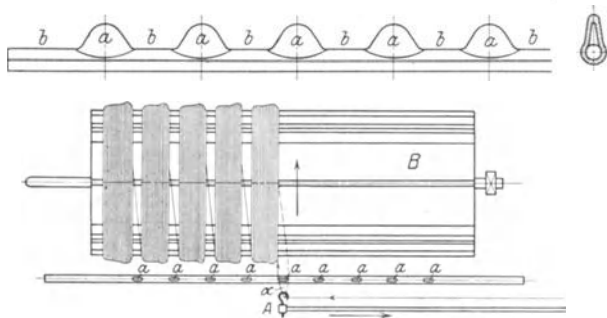


Fig. 503.

auf der anderen Seite angelangt ist und hier wieder Faden um Faden auf die Wickelvorrichtung B gelegt wird. Der Nockenbreite entsprechend entstehen zwischen den Bewicklungen Abstände.

Statt eines der Wicklungsbreite einer Wicklung entsprechenden Hin- und Herganges des Fadenführers ist durch die neue Vorrichtung ein einfacher Schalthub des Fadenführers von links nach rechts (Fig. 503) erzielt.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Aufwickeln von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Fadenführer (A) und Aufwickelvorrichtung (B) eine Nockenleiste (a, b) angebracht ist, durch deren Nocken der durch den stetig fortschreitenden Fadenführer (A) geführte Faden zeitweise am Fortschreiten gehindert wird, so daß zwischen den Wicklungen Abstände entstehen.

Nach Furness.

1051. W. H. Furness, National Park, N. J. Verfahren und Apparat zum Winden künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 338 648 vom 27. IV. 1920, angem. 17. VI. 1919.

Das aus dem Fällbad kommende Fadenbündel wird über eine Rolle nach unten gezogen und koaxial zu der Abzugsrichtung gezwirnt. Der

gezwirnte Faden wird in Lagen von nach und nach zunehmendem Durchmesser aufgespult, ohne daß ein Zug auf ihn ausgeübt wird. (Zeichnung.)

Nach Hartogs.

1052. Dr. J. C. Hartogs, Arnhem, Holland. Aufwickelvorrichtung für Kunstseidespinnmaschinen.

D.R.P. 365 451 Kl. 29a vom 15. II. 1922 (Prior. Niederl. 11. III. 1921).

Zum Aufspulen von Kunststroh und anderen flachen Erzeugnissen aus Zellstofflösungen hat man z. B. Führungswalzen vorgeschlagen und Glasstäbe, die feststehend vor den Aufwickelspulen angeordnet sind. Um bereits vorhandene Kunstseidespinnmaschinen für obengenannte Zwecke einzurichten, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, einen gläsernen Stab anzubringen, der oben auf der Spule oder Walze, auf die das Kunststrohbandchen beim Spinnen aufgewickelt wird, aufliegt. Dieser Glasstab kann sich infolge der Spulenreibung um seine Achse drehen oder nicht, auf alle Fälle muß er der Spule oder Walze der Länge nach aufliegen und so angebracht sein, daß er beim allmählichen Dickerwerden der Spule mit emporgeworfen wird, also immer auf dem auf der Spule aufgewickelten, gesponnenen Erzeugnis liegen bleibt. Ferner muß das Bandchen über den Stab gleiten, damit es flach bleibt oder flach wird, bevor es die Spule erreicht und aufgewickelt wird. Dadurch ist man imstande, dem häufig vorkommenden Zusammenklappen der Bandchen vorzubeugen, und man bekommt so ein flach aufgewickelt Erzeugnis von besserer Eigenschaft.

Patentanspruch: Aufwickelvorrichtung für Kunstseidespinnmaschinen zur Herstellung von Kunststrohbandchen u. dgl. flachen Streifen aus Zellstofflösungen, dadurch gekennzeichnet, daß ein Stab aus geeignetem Stoff auf dem aufgewickelten Streifen aufliegt, durch das allmähliche Dickerwerden der Wickelspule emporgedrückt wird und derart angeordnet ist, daß das von der Spindüse kommende Bandchen über ihn gleiten muß. (2 Zeichnungen.)

Nach Bader.

1053. R. Bader, Mähr.-Chrostau. Vorrichtung zur Stützung der in Kunstseiden-Spinnöpfen angesammelten Fäden.

D.R.P. 350 327 Kl. 29a vom 21. V. 1921 (gelöscht).

Es ist bekannt, daß sich die Fäden bei der Herstellung von Kunstseide im Spinnopf in Form eines hohlen, aus Schraubenwindungen bestehenden Stapels lagern. Soll dieser Stapel abgehaspelt werden, so verringert sich dessen Wandstärke bei fortschreitender Arbeit so, daß sie schließlich nicht mehr die genügende Festigkeit besitzt und einknickt. Der Faden kann daher nicht vollständig abgehaspelt werden, was einen erheblichen Materialverlust bedeutet.

Um diesen Nachteil zu beheben, wird in den Fadenstapel ein federnder Ring eingeführt, der zufolge seiner Federung das Bestreben hat, sich bis zu einer vorsätzlich bestimmten Abmessung aufzuweiten, der aber nicht vollständig aufschnellen kann. Dies wird dadurch erreicht, daß das

eine Ende des Ringes Schlitzte aufweist, in welchen am anderen Ende des Ringes befestigte Bolzen geführt sind, deren verbreiterte Köpfe ein dauerndes Verbleiben der Bolzen in den Schlitzten sichern. Dadurch kann man den Durchmesser des Ringes verkleinern, so daß der Ring leicht in den hohlen Fadenstapel eingeführt werden kann und diesem als Stütze dient. Der Ring schmiegt sich zufolge seiner Federung an die Innenwand des Fadenstapels an und versteift ihn beim Abhaspeln bis zur Beendigung der Arbeit, wodurch Materialverluste nahezu ausgeschlossen sind.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Stützung der in Kunstseiden-Spinnöpfen angesammelten Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß in den hohlen Fadenstapel ein federnder Ring eingeführt wird, der einerseits in seinem Durchmesser verringert werden kann, andererseits an einem Ausweiten über eine vorsätzlich bestimmte Abmessung gehindert ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an dem einen Ende eines federnden Ringes angeordnete Bolzen in Schlitzte eingreifen, welche an dem anderen Ende des Ringes angeordnet sind und deren Ränder von Bolzenköpfen überragt werden, um eine dauernde Führung der Bolzen in den Schlitzten zu sichern. (2 Zeichnungen.)

Nach Dreaper.

1054. W. P. Dreaper, London. Vorrichtung zur Herstellung eines Zwirnes aus Kunstseidenfäden.

D.R.P. 373 795 Kl. 29a vom 27. IV. 1922 (Prior. Großbritannien 23. V. 1921); brit. P. 189 155; Ver. St. Amer. P. 1 489 199 vom 1. IV. 1924, angem. 2. V. 1922; schweiz. P. 100 442; canad. P. 231 008.

Gemäß der Erfindung sollen, zum Zwecke, jedem der aus Fasern gesponnenen Fäden, die das Garn bilden sollen, vor ihrem Verzwirnen in der Spinnsehleuder eine Drehung zu erteilen, die einzelnen Fäden zunächst getrennt gehalten werden, indem man sie z. B. durch oder über Führer, Führungsrohre oder Kanäle leitet, um dann auf ihrem Wege zur Spinnsehleuder, die jeden beliebigen geeigneten Durchmesser haben kann, in einen gemeinsamen Führer, z. B. ein Rohr oder einen Ring, gebracht zu werden. Der gemeinsame Führer oder das ganze System der einzelnen und gemeinsamen Führer kann in bekannter Weise in der Achsrichtung der Spinnsehleuder hin und her bewegt werden, doch kann auch die Spinnsehleuder selbst hin und her bewegt werden. Außerdem kann während des Spinnens ein Flüssigkeitsstrom vorteilhaft den einzelnen Führern oder dem gemeinsamen Führer oder beiden zugeführt werden, wenn diese Führer von Rohren oder geschlossenen Kanälen gebildet werden. Auf diese Weise ist es z. B. möglich, in einer einzigen Operation das Verzwirnen des Garns und auch das Verzwirnen der das Garn bildenden Fäden zu bewirken, so daß letztere getrennt bleiben und nicht einen einzelnen und dickeren Faden bilden, wie dies sonst der Fall sein würde. Es kann somit z. B. ein zusammengesetztes Garn aus zwei oder mehr ungezwirnten Fäden aus Kunstseidefasern gebildet werden, genau so, wie sie in einem Spinnbade oder sonstwie gebildet

werden. Hierdurch werden alle nachfolgenden Doublierungs- und Verzwirnungsoperationen, die bisher für die Herstellung eines zusammengesetzten Garns aus einem gewöhnlichen Kunstseidefaden erforderlich waren, vermieden. Auch können nach dem neuen Verfahren feinere Fasern oder Fäden verarbeitet werden, da die Fäden sofort verzwirnt und doubliert oder in einen dickeren Faden oder Garn verwandelt werden können, und es wird auf diese Weise auch die Verringerung der Ausbeute, mit welcher gewöhnlich die Herstellung eines feineren Kunstseidefadens verknüpft ist, vermieden, soweit die Ansammlung in einer Spinnsehleuder in Betracht kommt. Beispielsweise kann ein doubliertes 200er Kunstseidegarn hergestellt werden, welches aus zwei 100er ungezwirnten Fäden besteht, ein Erzeugnis, welches gewöhnlich nur dadurch erhalten werden kann, daß man einen 100er Faden spinnst, ihn dann zwirnt, hierauf doubliert und dann nochmals zwirnt. Es wird also erheblich an Abfall, der sich aus Beschädigungen ergibt und an Verlusten, die aus der Behandlung des Fadens in den verschiedenen Operationen entstehen, gespart und demgemäß eine erhebliche Verringerung der Herstellungskosten erzielt.

In der Zeichnung veranschaulicht Fig. 504 in senkrechtem Schnitt, teilweise im Aufriß eine Ausführungsform des Erfindungsgegenstandes, Fig. 505 und 506 veranschaulichen im Schnitt besondere Ausführungsformen des unteren Endes des gemeinsamen Führungsrohres. Fig. 507 und 508 veranschaulichen in senkrechtem Schnitt Ausführungsformen des gemeinsamen Führungsrohres. Fig. 509 ist ein Querschnitt durch das Führungsrohr nach Fig. 508. Fig. 510, 511 und 512 sind senkrechte Schnitte durch andere Ausführungsformen des Führers.

In dem in Fig. 504 veranschaulichten Apparat gelangen die Fäden *A*, *B* in getrennte Trichter oder Führungsrohre *E*, *F*. Diese Rohre nähern sich an ihren unteren Enden und befördern die Fäden in ein gemeinsames konisches Führungsrohr *G*, welches mit einem auswärts

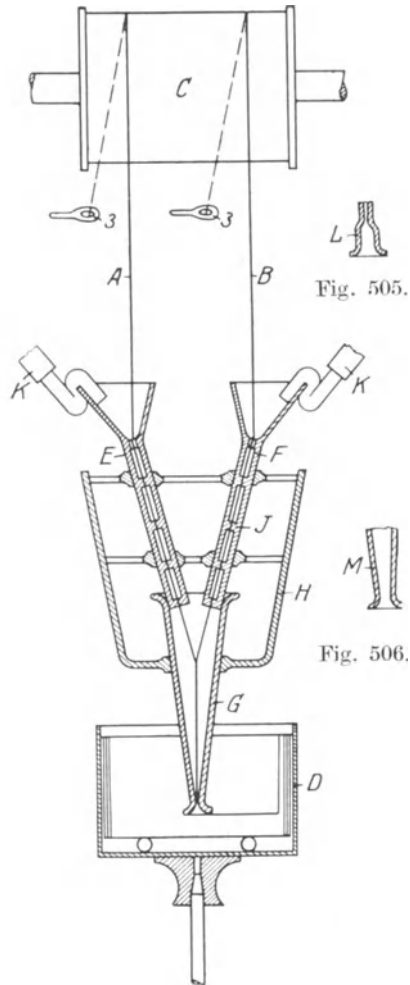


Fig. 504.

gebogenen unteren Ende versehen ist. Die drei Rohre *E*, *F*, *G* sind in einem Rahmen *H* befestigt, so daß sie in ihren Relativstellungen festgehalten werden. Die Rohre *E*, *F* werden vorteilhaft mit inneren Rippen *J* versehen, um die Reibung zwischen den Fäden und den Innen-

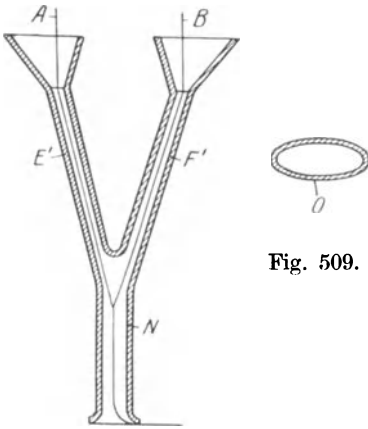


Fig. 509.

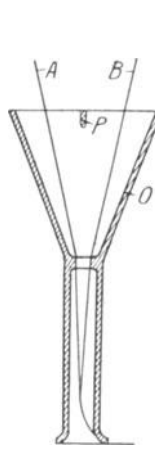


Fig. 508.

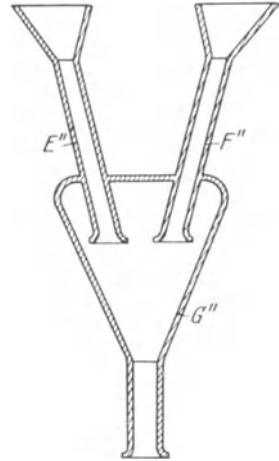


Fig. 510.

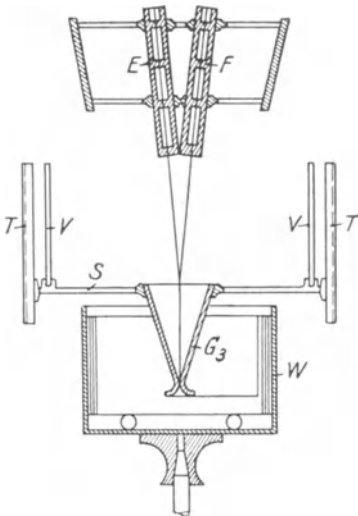


Fig. 511.

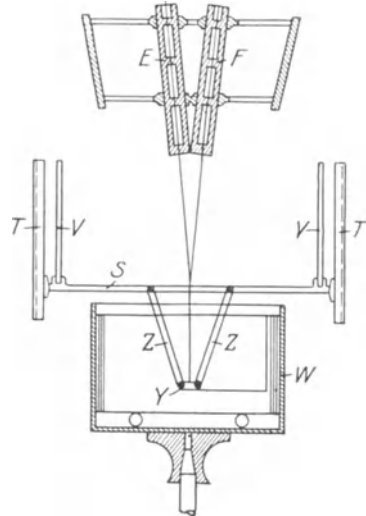


Fig. 512.

wandungen der Rohre zu verringern. Außerdem ist Vorkehrung getroffen, um einen ununterbrochenen Flüssigkeitsstrom einem jeden der Trichter zuzuführen, z. B. durch Rohre *K*. Um das verzwirnte Zweifadengarn gleichmäßig auf das Innere der Spinnsehleuder *D* zu ver-

teilen, ist in bekannter Weise Vorkehrung getroffen, den Rahmen *H* und die Schleuder *D* mit Bezug auf einander hin und her zu bewegen. Diese letztere Anordnung kann getroffen werden, wenn es erwünscht ist, daß die Spannungen in den sich verzwindenden Fäden zwischen dem Rad *C* und dem Auslaßende des gemeinsamen Führungsrohres *G* dieselben bleiben sollen. Vorteilhaft könnte die Auf- und Abbewegung durch einen Daumen bewirkt werden, der so angeordnet wird, daß man eine gleichmäßige Dicke des röhrenförmigen Kuchens in der Spinn- schleuder erhält. In Fig. 505 ist das Rohr *G* mit einem glockenförmigen Ende *L* versehen. Fig. 506 zeigt ein trompetenförmiges Ende *M* des Rohres *G*. Dadurch, daß man die beiden Fäden *A*, *B* getrennt voneinander hält, wenn sie das Rad *C* verlassen, erzielt man, daß das Verzwirnen, welches infolge der Einwirkung der Spinn- schleuder eintritt, sich auf die einzelnen Fäden oberhalb des Punktes, wo sie zusammen- treffen, um ein einziges Mehrfadengarn zu bilden, erstreckt, und auf diese Weise wird ein provisorisches Verzwirnen der einzelnen Fäden erzielt, welches verhindert, daß die Fäden sich in einem dickeren Einzel- faden vereinigen, wie es geschehen würde, wenn sie nicht getrennt ge- halten würden. Kommt der zweite, untere Führer nicht zur Verwen- dung, so können die Einzelführer *E'*, *F'* (Fig. 507) miteinander ver- einigt oder unter einem geeigneten Winkel in ein gemeinsames Rohr *N* übergeführt werden, in welchem Falle besonders dafür Sorge getragen werden muß, daß die Längen der einzelnen oberen Führer *E'*, *F'* so gewählt sind, daß die erforderliche Wirkung eintreten kann.

Benutzt man einen besonderen Trichter, und sorgt man dafür, daß die Fäden erst zusammentreffen, wenn sie in die Gegend kommen, wo die Spinnwirkung eintritt, so könnte man möglicherweise mit einem einzigen Trichter arbeiten, doch ist dies nicht ratsam. In diesem Falle kann das trichterförmige obere Ende *O* (Fig. 508) ein Querstück *P* erhalten und die Fäden können dann zu verschiedenen Seiten dieses Querstücks *P* laufen. Auch die Form des Trichters kann verändert werden. Sie kann z. B. abgeflacht werden, wie bei *O* in Fig. 509, so daß die Fäden auseinandergehalten werden, während sie zu beiden Seiten des Führers abwärts gehen. In Fig. 510 sind die oberen und unteren Führer *E''*, *F''* und *G''* fest miteinander verbunden. In Fig. 511 ist eine Anordnung veranschaulicht, bei welcher die einzelnen Führungsrohre *E*, *F* feststehen und der untere gemeinsame Führer *G₃* auf einem Rahmen *S* sitzt, der senkrecht in Führungen *T*, *T* gleiten und durch einen Daumen- oder sonstigen Mechanismus, der durch die Glieder *V*, *V* wirkt, auf und ab bewegt werden kann, so daß das Garn gleichmäßig über die Innenwandung der Schleuder *W* verteilt wird. Fig. 512 zeigt eine ähnliche Konstruktion wie Fig. 511 mit der Ausnahme, daß das untere Führungsrohr durch einen Ring *Y* ersetzt ist, der durch Arme *Z*, *Z* an dem hin und her gehenden Rahmen *S* befestigt ist. In manchen Fällen können auch die Rohre *E*, *F* und das untere Rohr *G₃* oder Ring *Y* unabhängig voneinander hin und her bewegt werden. Man kann auch die oberen Führungen auf der Schleuderseite des Rades *C* in Fortfall kommen lassen und die einzelnen Fäden direkt von dem

Rade *C* zu der Stelle führen, wo sie über dem gemeinsamen Führer zusammentreffen. In diesem Falle werden sie in ihren genauen Stellungen auf dem Rade festgehalten, indem man sie durch Führungsösen 3, 3 (Fig. 504) hindurchgehen läßt.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung eines Zwirnes aus Kunstseidenfäden nach dem Schleuderspinnverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß jedem der den Zwirn bildenden Fäden dadurch eine Verzwirnung erteilt wird, bevor sie von der Spinnsehleuder (*W*) zusammengezwirnt werden, daß die verschiedenen Fäden zunächst voneinander getrennt gehalten werden, indem sie durch oder über einzelne Führer (*3*), Führungsrohre (*E*, *F*) oder Kanäle geführt werden, worauf sie sich vereinigen und in einer gemeinsamen Führung, z. B. einem Führungsrohr (*G*) oder einem Ring, zur Spinnsehleuder (*W*) gelangen.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die einzelnen Führungen (*F'*, *E'*) und die gemeinsame Führung (*N*) fest miteinander verbunden sind.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein gemeinsames Führungsrohr mit einem Trichter (*O*) versehen ist, der durch eine Stange oder Zwischenwand (*P*) in Abteile geteilt ist, die zur Aufnahme der verschiedenen Fäden dienen.

4. Vorrichtung nach Anspruch 1—3, dadurch gekennzeichnet, daß das untere Führungsrohr (*G*₃) oder Ring (*Y*) parallel zur Achse der Spinnsehleuder hin und her bewegbar ist, um ein regelmäßiges Aufwickeln des Garns in der Sehleuder zu erzielen.

Nach Kaufmann und Sinkwitz.

1055. **W. Kaufmann und R. Sinkwitz, Pirna a. E.** Vorrichtung zum Zwirnen, Waschen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide.

D.R.P. 388 365 Kl. 29a vom 7. XII. 1920; franz. P. 548 493.

Es sind Vorrichtungen zum Zwirnen, Waschen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide bekannt. Bei diesen Vorrichtungen läuft der Faden zwischen Zwirnspeule und Haspel über eine in eine Waschflüssigkeit eintauchende Rolle oder über mehrere Leitrollen, welche den Faden auf eine Strecke durch die Flüssigkeit leiten. Das hat den Nachteil, daß der Faden ungünstig durch den Antrieb der Rollen und den Zug der Haspel beansprucht wird, außerdem eine genügende Auswaschung des Fadens wegen der geringen Länge seines Laufes durch die Flüssigkeit unmöglich ist. Gemäß der Erfindung werden diese Nachteile dadurch vermieden, daß der Faden von der Strömung der Waschflüssigkeit durch eine gekrümmte Waschleitung geführt und beim Austritt aus ihr gehaspelt wird. Hierdurch wird einerseits der Faden gründlich ausgewaschen, da die Länge der Waschleitung unbeschränkt ist, und die schädliche Zugbeanspruchung vermindert, da der Faden spannungslos in der Waschflüssigkeit treibt. Es ist zwar eine Vorrichtung¹⁾ bekannt,

¹⁾ Siehe S. 206.

bei welcher der Faden unmittelbar aus dem Fällbad über eine Zugwalze in eine gerade Waschrinne geführt wird, der streckenweise abwechselnd Wasch- und Fällflüssigkeit zugeführt wird, die jede für sich am Ende ihrer Strecke aus der Rinne entfernt werden muß. Abgesehen davon, daß bei dieser Vorrichtung die Waschrinne geradlinig verläuft und infolgedessen eine große Länge besitzen muß und der Faden beim Austritt aus der Waschrinne von Abzugszylindern aufgenommen wird, ist es ganz unmöglich, bei dieser Vorrichtung die Durchleitung des Fadens der Strömung der verschiedenen voneinander getrennten Flüssigkeiten zu überlassen, da eine Gewähr für einen sicheren Übergang des Fadens von der einen Flüssigkeitsstrecke zu der folgenden nicht gegeben ist. Auch wegen der Trennung der verschiedenen Flüssigkeitsstrecken durch die zur Ableitung dienenden Erhöhungen ist ein Durchziehen des Fadens durch Abzugswalzen notwendig. Die Krümmung der Waschleitung bietet ferner den Vorteil, daß der Haspel trotz langer Waschleitung dicht bei der Zwirns-
spindel angebracht ist und daher beide Vorrichtungen von einem Wärter beaufsichtigt werden können.

Die Vorrichtung (Fig. 513) besteht aus einem Rohr *b*, welches so gebogen ist, daß Ein- und Austritt sich auf derselben Seite befinden. An dem Eintrittsende des Rohres mündet eine Wasserleitung in Form einer Düse *d*, die derart gerichtet ist, daß der Wasserstrahl in das Rohr *b* eintritt. Unterhalb

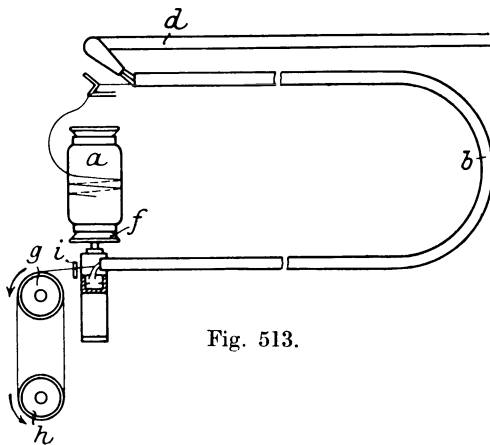


Fig. 513.

der Eintrittsöffnung des Rohres *b* ist die Zwirns-
spindel angeordnet, die zur Aufnahme der Spule *a* dient, auf welche der Kunstfaden beim Herauskommen aus dem Fällbad aufgewickelt ist. Oberhalb der Zwirns-
spindel befindet sich ein Fadenführer. Am Austrittsende des Rohres *b* befindet sich eine Rinne zum Abfangen und Ausführen des austretenden Wassers, ebenfalls ein Fadenführer *i* und zwei Rollen *g*, *h* zum Aufwickeln des Kunstfadens in Strangform.

Der von der Zwirns-
spindel abgezogene Faden wird von der aus der Düse *d* in das Rohr *b* einströmenden Waschflüssigkeit mitgenommen und durch das Waschröhr hindurchgeführt, wobei er naturgemäß langsamer als die Flüssigkeit sich bewegt und daher kräftig ausgewaschen wird. Beim Austritt aus der Waschleitung wird der Faden mit der Hand aufgefangen, durch den Fadenführer *i* geführt und um die Rollen *g*, *h* herumgelegt.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Zwirnen, Waschen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß der von der Zwirns-
spule abgezogene Faden von der Strömung der Wasch-

flüssigkeit durch eine gekrümmte Waschleitung mitgenommen wird, an deren Austrittsende der Haspel angeordnet ist.

2. Vorrichtung zum Zwirnen, Waschen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Austrittsende der Waschleitung sich auf derselben Seite befindet wie das Eintrittsende.

1056. W. Kaufmann und R. Sinkwitz, Pirna. Vorrichtung zum Zwirnen, Waschen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide.

D.R.P. 388 946 Kl. 29a vom 26. IV. 1921, Zus. z. D.R.P. 388 365; brit. P. 190 030; Ver. St. Amer. P. 1 427 238.

Die Erfindung betrifft Verbesserungen an der Vorrichtung zum Zwirnen, Waschen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide, in welcher der von der Spule abgezogene und dabei gezwirnte Faden von strömendem Wasser durch eine gekrümmte Waschleitung mitgenommen und durch einen am Austrittsende der Waschleitung befindlichen Haspel aufgenommen wird. Die glatte Einführung in die Waschleitung bedingt eine widerstandslose Ablösung des Fadens von der Zwirrspule oder von der den Faden abziehenden Vorrichtung, da der durch die Strömung ausgeübte Zug nur gering ist. Die bekannten Abzugsräder, welche verhältnismäßig groß sind, damit der Faden genügend Auflage hat, um mitgenommen zu werden, und mit Leisten versehen sind, die das Kleben des Fadens verhindern, sind ungeeignet, weil der Abzugswiderstand zu groß ist. Gegenstand der Erfindung ist daher eine Vorrichtung, durch welche der unter starkem Zug von der Zwirrspindel abgezogene Faden mit möglichst geringer Spannung in die Waschleitung eingeführt wird.

Die Vorrichtung besteht aus einer in bekannter Weise mit Leisten versehenen Abziehrolle, die sich mit einer bestimmten Geschwindigkeit dreht, und einer zweiten Rolle tunlichst aus glasiertem Porzellan, die den Faden von der Abziehrolle ablöst und sich schneller als diese dreht, sodaß der Faden nicht zum Haften kommt und spannungslos zur Waschleitung gelangt.

Eine weitere Verbesserung des Gegenstandes der Haupterfindung (s. vorstehend) besteht in der Anordnung einer Vorrichtung zum Anfeuchten des auf der Zwirrspule befindlichen Kunstfadens, der infolge des Schleuderns schnell trocknet und brüchig wird, was zur Folge hat, daß der Faden nicht restlos gezwirnt werden kann, sondern ein bedeutender Abfall auf der Spule zurückbleibt. Gemäß der Erfindung läuft die Zwirrspule in einem Gefäß, in welchem ein Wasserzerstäuber so angeordnet ist, daß sein Strahl die Spule in ihrer ganzen Länge befeuchtet. Eine dritte Verbesserung betrifft das Aufhaspeln des aus der Waschleitung herauskommenden, gezwirnten Fadens. Es läßt sich nicht vermeiden, daß der von der Wasserströmung mitgenommene Faden für Augenblicke an der Wandung der Waschleitung haftet. Dies würde unter Umständen genügen, den Faden, der vom Haspel nicht gezogen werden darf, zu brechen. Der Faden muß daher beim Austritt aus der Waschleitung so viel Bewegungsmöglichkeit haben, daß ein Zerreißen

bei plötzlicher Stockung nicht eintritt und doch eine für das Aufhaspeln genügende Spannung vorhanden ist.

Zu diesem Zwecke ist zwischen dem Austrittsende der Waschleitung und dem Haspel eine Spannvorrichtung in Form eines Glasbügels angeordnet, über den der Faden gleitet, und der sich unter der Wirkung der Schwere in die Spannstellung einstellt, bei der geringsten Stockung aber nachgibt.

Fig. 514 zeigt schematisch in Seitenansicht eine Vorrichtung zur Herstellung eines Kunstfadens mit den angegebenen Verbesserungen,

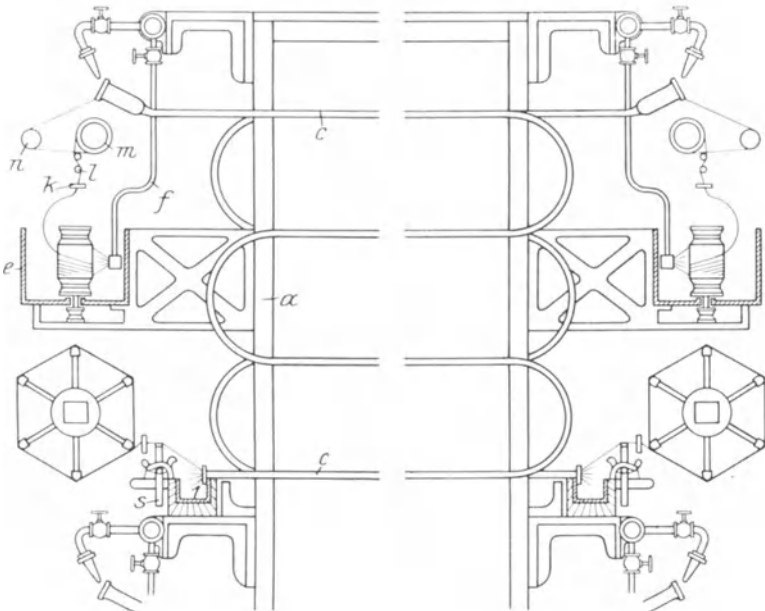


Fig. 514.

Fig. 515 eine Vorderansicht dazu, Fig. 516 und 517 zeigen in größerem Maßstabe in Seitenansicht und Vorderansicht die Abzugsvorrichtung, Fig. 518 und 519 in Vorderansicht und Seitenansicht die Spannvorrichtung und Fig. 520 und 521 in Seitenansicht und Querschnitt die Anfeuchtungsvorrichtung für die Zwirrspule. Die Vorrichtung zur Herstellung des Kunstfadens, von der eine größere Anzahl zu einer Gesamtheit vereinigt ist, besteht aus einem Gestell *a*, in welchem die zur Aufnahme der Zwirrspule *b* dienenden Zwirrspindeln gelagert und die Waschleitungen *c*, die am Austrittsende der Waschleitung befindlichen Spannvorrichtungen und die erforderlichen Wasserleitungen angeordnet sind. — Jede Zwirrspule läuft in einem Behälter *e*, in welchem ein Wasserleitungsrohr *f* etwa in Höhe der Spulenmitte mündet, so daß der austretende Wasserstrahl auf die Spule gerichtet ist. — Die Mündung ist von einem Mantel *g* umfaßt, der exzentrisch zum Rohre angeordnet ist, so daß die Austrittsöffnung des Rohres *f* von der Wandung

des Mantels *g* entfernt ist. Das aufgeschobene Mantelrohr *g* besitzt eine schmale Schlitzöffnung *h*, deren Länge der Spulenlänge entspricht und deren eine Kante abgeschrägt ist, so daß die Schneide sich auf der Innenseite des Mantelrohres befindet. Die enge Austrittsöffnung des Leitungsrohres *f* befindet sich der scharfen Kante des Schlitzes gegenüber. Am Boden des Mantelrohres *g* befindet sich ein kleines Loch *i* zum Ableiten des überschüssigen Wassers.

Schon bei geringem Wasserdruck wird das an der scharfen Kante des Schlitzes anprallende Wasser fein zerstäubt und benetzt in diesem Zu-

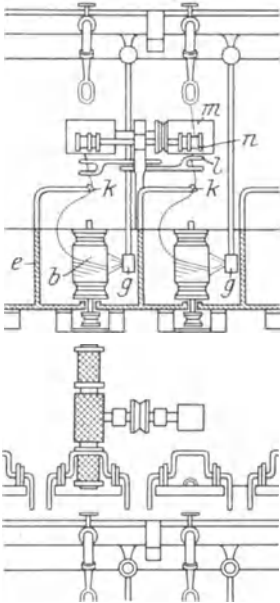


Fig. 515.

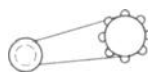


Fig. 516.

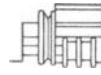


Fig. 517.

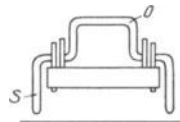


Fig. 518.

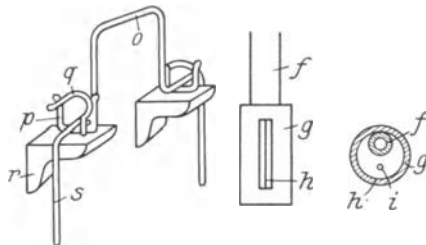


Fig. 519. Fig. 520. Fig. 521.

stande die Spule auf ihrer ganzen Länge. Der Faden wird so dauernd feucht gehalten und kann bis zum Ende abgezwirnt werden. Oberhalb der Zwirrspindel befindet sich ein Fadenhalter *k* und eine Bremse *l*, bestehend in einer zweizinkigen Gabel, durch deren Einstellung der Faden mehr oder weniger gebremst wird. Die Abzugsvorrichtung besteht aus einer mit Leisten versehenen Rolle *m* und einer mit Rillen versehenen Rolle *n* aus glasiertem Porzellan. Letztere besitzt eine größere Umfangsgeschwindigkeit als die Rolle *m*. Der durch den Fadenhalter *k* und die Bremse *l* geführte Faden wird um die Abzugsrolle *m* und dann um die Rolle *n* herum gelegt und von hier in das Mundstück der Waschleitung *c* geworfen. Die Verbindung der Abzugsrolle *m* mit der Spann- und Gleitrolle *n* hat den Vorzug, daß wenig Raum beansprucht wird, da für die Abzugsrolle ein Durchmesser von 50 mm genügt, während sie bisher einen Durchmesser von etwa 300—400 mm besitzt. Für die Rolle *n* genügt ein Durchmesser von 20 mm. Die am Austrittsende der Wasch-

leitung angeordnete nachgiebige Spannvorrichtung zum Ausgleichen von Stockungen des Fadens in der Waschleitung besteht aus einem U-förmigen, in der Mitte gekröpften Bügel o aus Rundglas, der mit den Mittelteilen seiner Schenkel in zwei Lagergabeln p , gleichfalls aus Rundglas, die mit einem Zinken zur Befestigung in einem Halter r versehen sind, ruht. Winkelarme q , die mit dem einen Schenkel drehbar in dem Halter r befestigt sind, greifen über den Bügel o und verhindern sein Herausfallen aus den Lagergabeln p . Durch Drehen der Winkel q kann der Bügel o aus den Lagern p entfernt werden. Die Schenkel s des Bügels o sind so lang, daß der Bügel unter Wirkung der Schwere eine aufrechte Stellung einnimmt. Der gewaschene Faden wird über den Mittelteil des Bügels gelegt und dann über den Haspel geführt. Sobald eine Stockung eintritt, strafft sich der Faden und drückt den Bügel o in eine schräge Lage. Wird der Faden wieder locker, richtet sich der Bügel wieder auf. Der Faden wird so dauernd in schwacher Spannung gehalten, wodurch seine Mitnahme durch das abfließende Wasser verhindert wird.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Zwirnen, Waschen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide nach Patent 388 365, dadurch gekennzeichnet, daß zum Abziehen des Fadens von der Zwirnspeule und zur Einführung in die Waschleitung eine Abzugsrolle und eine mit größerer Umfangsgeschwindigkeit umlaufende Streichrolle n vorgesehen sind, von welchen die letztere den Faden von der Abzugsrolle ablöst und der Waschleitung überliefert.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in Höhe der Zwirnspeule ein Wasserzerstäuber zum Anfeuchten der Spule während des Zwirnvorganges angeordnet ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch die Anordnung einer nachgiebigen Spannvorrichtung am Austrittsende der Waschleitung zum Straffhalten des Fadens, bestehend in einem pendelnd gelagerten Glasbügel o , der unter Wirkung der Schwere eine Spannstellung einnimmt.

Nach Worms.

1057. M. Worms. Maschine zum Aufwickeln von Zellulose- oder anderen Fäden auf Spulen.

Franz. P. 537 161 vom 9. VI. 1921.

Bei dieser Maschine können die Spulen unabhängig voneinander abgenommen und aufgesteckt werden, ohne daß die Maschine angehalten werden muß. Die Spulen sind nebeneinander in gerader Linie angeordnet. Vor der einen Stirnscheibe jeder Spule befindet sich eine durch Zahnräder angetriebene, sich drehende Kupplungsscheibe, gegen die die betr. Spulenstirnscheibe mittels einer Feder gepreßt wird, zu welchem Zweck die Spulen in axialer Richtung verschiebbar sind. Werden also die Spulen so gegen die sich drehenden Kupplungsscheiben angedrückt, so werden sie durch letztere mitgenommen und in Drehung versetzt. Sollen die Spulen stillgesetzt oder abgenommen werden, so werden sie entgegengesetzt dem Federdruck oder abgenommen werden, so werden sie entgegengesetzt dem Federdruck von der Kupplungsscheibe mittels einer Abdrückvorrichtung, die beim Abdrücken zugleich die Spule

stützt, abgedrückt. Die Feder und die zugehörigen Teile werden in der Ausrückstellung durch eine mit Handgriff versehene Verriegelungsvorrichtung verriegelt. 4 (Zeichnungen.)

Nach Boyd.

1058. T. A. Boyd, H. A. Boyd und T. Boyd Ltd., Glasgow. Zwirnmachine für Kunstseide.

Brit. P. 203 908 vom 16. IX. 1922.

Das zu verzwirnende Gut ist auf einer Scheibenspule aufgewickelt, die wagerecht quer über der Zwirnspindel liegt und angetrieben wird. Der Antrieb erfolgt von der Zwirnspindel aus mittels Schnurantrieb auf eine der Spindel parallele Welle, von der aus der Antrieb durch ein Schraubenradgetriebe auf die Spindel der Ablaufspule übertragen wird. Die Vorrichtung hat den Vorteil, daß die zu verzwirnenden Fäden senkrecht zur Achse ihrer Spule abgezogen werden und geradlinig in den Fadenführer über der Zwirnspindel einlaufen. Zwirnspindel und Ablaufspule können gleichzeitig stillgesetzt werden. (Zeichnungen.)

Nach Société anonyme Fabrique de Soie artificielle de Tubize.

1059. Société anonyme Fabrique de soie artificielle de Tubize. Maschine zum Spinnen und Zwirnen künstlicher Fäden.

Franz. P. 580 986 vom 2. VIII. 1923; brit. P. 219 961.

Bei der Maschine sind zwei Reihen Spulen in der Länge des Spinnstuhls angeordnet, von denen die vordere Reihe etwas tiefer liegt als die hintere. Jede Spulenreihe kann für sich in Gang und stillgesetzt werden; das Heben und Senken der Schienen, auf denen die Spulen sitzen, erfolgt so, daß die eine Spulenreihe in die Höhe geht, während die andere sich senkt. Die Spindeln sind mit Kappen versehen. (2 Zeichnungen.)

Nach Donagemma, Tolini, Valentini und Micozzi.

1060. G. Donagemma, P. Tolini, M. Valentini und E. Micozzi. Verbesserungen an Maschinen zum Spinnen von Kunstseide.

Franz. P. 570 875 vom 18. IX. 1923; brit. P. 224 352.

Der aus dem Fällbad kommende Faden wird durch einen hin und her gehenden Fadenführer auf eine Spule aufgewickelt, die sich beim Spinnen an dem unteren Ende eines schwenkbaren Spulenträgers befindet und in ein Säurebad eintaucht. An dem oberen Trägerende befindet sich eine zweite Spule. Ist die untere Spule vollgewickelt, so wird der Spulenträger um 180° geschwenkt, so daß die obere leere Spule in die untere Arbeitsstellung gelangt, in der sie in das Säurebad eintaucht. Beim Schwenken legt sich der Faden selbsttätig an die leere Spule an. In der Arbeitsstellung greift ein auf der Spulenchse befindliches Zahnrad in ein dauernd umlaufendes ortsfestes Antriebszahnrad ein, wodurch die Spule gedreht wird. Wird der Träger nur um 90° verschwenkt, so sind beide Spulen außer Eingriff mit dem Antriebszahnrad. In

Arbeitsstellung wird der Träger durch eine selbsttätige Sperrvorrichtung gesperrt. An der Maschine sind ferner Vorrichtungen zum Absaugen der Gase und zum Zuführen von Frischluft vorhanden. (3 Zeichnungen.)

Spulen und Walzen, Spulenbefestigung und -antrieb.

Nach Röhrens.

1061. J. Röhrens, W. Röhrens und H. Röhrens. Glaswalze für das Spinnen künstlicher Fäden.

Franz. P. 364 269; österr. P. 27 038.

Die Walze besteht nicht wie die früher verwendeten ganz aus Glas, sondern nur der zylindrische Teil ist aus Glas, während die Seitenteile, zwischen die der Glasmantel gespannt wird, aus gegen Säuren und Laugen widerstandsfähigem Metall bestehen. Das Einspannen des Mantels zwischen den Seitenteilen geschieht durch Zugstangen, die dicht am Mantel angeordnet sind und einen Kautschuküberzug tragen, so daß der Mantel elastisch unterstützt ist. (2 Zeichnungen.)

Nach Burill.

1062. P. Burill. Spule und Spulenträger für künstliche Seide.

Franz. P. 442 593.

Die Spule besteht aus einem Aluminiumzylinder mit vielen Löchern, Umbördelungen an den Enden und hinter diesen Umbördelungen mit umlaufenden, nach außen vortretenden halbkreisförmigen Vertiefungen. In diese Vertiefungen greifen Kugeln ein, die durch Federn oder einen federnden Ring an den Spulenträger befestigt sind und dazu dienen, den Zylinder rasch an dem Spulenträger zu befestigen oder von ihm zu lösen. (5 Zeichnungen.)

Nach Küttner.

1063. Fr. Küttner. Spule zur Herstellung künstlicher Seide.

Franz. P. 450 818; brit. P. 28 083¹⁹¹²; belg. P. 251 191.

Bisher verwendet man zur Aufnahme künstlicher Seidenfäden im allgemeinen Spulen aus gefirniftem Karton. Da nun bekanntlich die Spulen mit den darauf befindlichen Fäden der Einwirkung verschiedener saurer Bäder, dem Waschen, dem Aufenthalte in der Trockenkammer usw. ausgesetzt werden, ist es nicht zu vermeiden, daß die Wand der Spule nach kurzer Zeit verbeult und verdrückt wird. Das beeinflußt natürlich die Gleichmäßigkeit der erzeugten Fäden, auch ist der Verbrauch an Spulen beträchtlich. Außerdem bekommen die Spulen Risse, in denen sich die das Fällbad zusammensetzenden Stoffe ansammeln, die dann durch Waschen nicht zu entfernen sind und den Faden beim Trocknen schädigen. Besonders unangenehm ist dies, wenn die in den Spulenwandungen angesammelten Stoffe aus sauren Bädern herrühren. Um diesen Übelständen abzuwehren, hat man bereits Spulen aus Metall hergestellt, z. B. aus Aluminium, denn andere Metalle werden

von Säuren angegriffen. Aber die Aluminiumoberfläche oxydiert sich, und die Fäden bleiben dann an der Spule hängen und reißen.

Nach der vorliegenden Erfindung besteht die Spule innen aus Metall, z. B. Aluminium, und außen aus Karton, der gefirnißt wird. Die beiden die Spule zusammensetzenden Zylinder schließen enganeinander. (Zeichnung.)

Nach Adolff.

1064. E. Adolff. Spule zum Aufwickeln künstlicher Seide.
Franz. P. 466 210; belg. P. 262 989.

Man hat zum Aufspulen künstlicher Seide bereits Spulen aus Papiermaché verwendet. Die vorliegende Erfindung bezweckt, solche Spulen widerstandsfähiger zu machen. Bekanntlich wird die auf den Spulen befindliche Kunstseide mit sauren Bädern behandelt, dadurch werden die Spulen in kurzer Zeit zerstört, und beim Trocknen erleiden sie durch den auf sie ausgeübten Zug starke Formveränderungen. Um das Eindringen der Säure an den Enden der Spulen zu verhindern, bringt der Erfinder hier Ringe aus beliebigem, widerstandsfähigen Stoff an oder er preßt an den Enden den Papierstoff stärker als im übrigen und poliert die Enden der Spulen. Um zu verhindern, daß beim Trocknen der Spulen Formveränderungen eintreten, wird die Wand der Spule im Innern nach der Mitte zu stärker oder es werden innen ein oder mehrere Verstärkungsringe angebracht. (6 Zeichnungen.)

Über Spulen vgl. noch S. 352 und 353.

Nach Manquat.

1065. J. Manquat. Spulenträger für Vorrichtungen zum Spinnen künstlicher Seide.
Franz. P. 440 965.

Zum Festhalten der Spulen auf den Spulenträgern dienen federnde Drahtbügel, deren einer Schenkel mit einer halbkreisförmigen Biegung in eine entsprechend gestaltete Vertiefung des Trägers eingreift und dadurch befestigt wird. Zusammendrücken der Schenkel läßt den Bügel wieder leicht aus dem Träger herausnehmen. (2 Zeichnungen.)

Nach Zellstoff-Verwertungs-A.-G.

1066. Zellstoff-Verwertungs-A.-G., Pirna a. E. Spule mit gewellter Oberfläche zum Waschen und Trocknen von Kunstfäden.
D.R.P. 323 434 Kl. 29a vom 7. II. 1919.

Man verwendet bereits in der Kunstseidefabrikation zum Aufwickeln, Waschen und Trocknen Spulen, welche eine gewellte Oberfläche haben, um zwischen dem Fasergut und der Auflagefläche Hohlräume zu erzeugen; durch diese wird eine Beschleunigung der Waschwirkung durch Erleichterung des Zutritts der Waschflüssigkeit an das Fasergut erzielt. Im Gegensatz zu den bisher verwendeten parallel gewellten Spulen bringt die Erfindung eine Spule mit schräg zur Achse des Zylinders verlaufenden Wellenrillen. Die neue Anordnung unterscheidet sich von der bekannten in der Wirkung mehrfach. Zunächst

was die Waschwirkung betrifft, sind die diagonalen Wellen um deswillen günstiger, weil beim Betropfen der Spule die Flüssigkeit nicht in dem Hohlraum stehen bleibt, sondern infolge ihrer eigenen Schwere abläuft und so eine Bewegung der Waschflüssigkeit und dadurch eine Erhöhung der Waschwirkung herbeiführt. Erfolgt das Waschen aber, wie auch üblich, durch Drehen der Spule in der Flüssigkeit, so erzielen die schräg verlaufenden Wellen eine saugende und drückende Wirkung der Waschflüssigkeit, was auch wiederum einerseits eine Erhöhung der Waschwirkung, andererseits eine Abkürzung der Waschdauer bedingt.

Endlich sind die neuen Spulen auch beim Hinwerfen sowie beim Zusammenziehen der Fäden widerstandsfähiger als Spulen mit parallelen Wellen. Die Wellen können halbkreisförmigen Querschnitt haben oder spitz verlaufen.

Patentanspruch: Spule mit gewellter Oberfläche zum Waschen und Trocknen von Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß die Wellen schräg zur Achse des Zylinders verlaufen.

Nach Küttner und Sinkwitz.

1067. Firma Fr. Küttner und R. Sinkwitz, Pirna a. E. Vorrichtung zum Reinigen und Polieren hohler Spulen.

D.R.P. 335 181 Kl. 76c vom 23. XI. 1919.

Das Reinigen oder Polieren von hohlen Metallspulen geschah bisher in der Weise, daß man die Spulen mit der Hand gegen eine rotierende Scheibe drückte, auf deren Mantelteil eine Drahtbürste ange nagelt war. Die Beschwerlichkeit des Handbetriebes wird behoben, wenn man die Spule, statt in die Hand zu nehmen, auf einen ebenfalls mit Draht benagelten Zylinder aufsteckt und an den rotierenden Drahtbürstenzylinder heranbringt. Die äußere rotierende Zylinderbürste nimmt mit ihren Bürsten die zu reinigenden Spulen mit, wobei sie sich um den inneren Bürstenzylinder dreht. Dadurch wird die Spule gehalten und gleichzeitig um die innere Bürste gedreht, wodurch beide Seiten der Spule gereinigt werden. Noch gründlicher geschieht die Reinigung der Spule, wenn die Aufsteckbürste ebenfalls eine rotierende Bewegung im gleichen Sinne wie die äußere Bürste erhält. Statt der Drahtbürsten können auch Bürsten nichtmetallischer Herkunft oder Tuch verwendet werden, sofern sie nur die Fähigkeit haben, die Spule mitzunehmen.

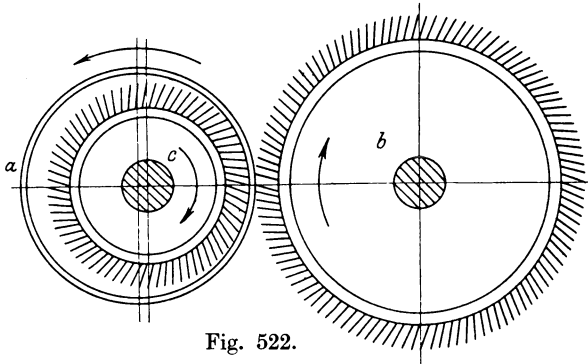


Fig. 522.

Auf der Zeichnung (Fig. 522) ist *a* die zu reinigende Spule, *b* die rotierende Zylinderbürste, welche die Außenseite reinigt und die hier im

Bürstenteil aus Stahldraht bestehen soll; *c* ist die Aufsteckbürste, die im Betrieb exzentrisch in der kleinen Spule liegt. Die beiden inneren Pfeile geben die Richtung der angetriebenen Zylinderbürsten an. Der äußere Pfeil zeigt die Richtung, welche die Spule infolge der schneller rotierenden äußeren Bürste annimmt.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Reinigen und Polieren hohler Spulen, dadurch gekennzeichnet, daß neben einem mit Stahldraht überzogenen rotierenden Zylinder (*b*) andere im selben Sinne rotierende Zylinder (*c*) angebracht sind, auf welche die zu reinigenden Spulen so aufgesteckt sind, daß sie mitgenommen und von der Stahldrahtbürste berührt werden.

Nach Pinel.

1068. A. Pinel, Ecaussines-Carrières, Belgien. Vorrichtung an Spinnstühlen für künstliche Seide zum Auswechseln der vollen Spulen.

D.R.P. 352 587 Kl. 29a vom 7. VII. 1921 (Prior. Belgien 28. V. 1921), (gelöscht).

Sollen bisher auf Spinnstühlen für künstliche Seide die vollen Spulen durch leere ersetzt werden, so ist man entweder gezwungen, den Stuhl abzustellen, oder man verwendet an dem Stuhl einen doppelten Satz Spindeln oder Spulen, die abwechselnd in die arbeitsbereite Lage übergeführt werden. Im erstgenannten Falle findet eine wesentliche Herabsetzung der Stuhlleistung statt, und im zweiten Falle wird die Bauart des Stuhles durch Vermehrung der Organe kompliziert. Diesem Übelstande soll gemäß der Erfindung dadurch vorgebeugt werden, daß für jede Spindel eine kleine Zylindertrommel vorgesehen ist, die sich mit der Spindel dreht und ungefähr den gleichen Durchmesser wie die Spulen aufweist sowie nach Füllung der Spule während der Auswechslung den dann weiter gelieferten Faden aufnimmt.

Fig. 523 zeigt eine Stirnansicht des Stuhles, Fig. 524 einen Querschnitt, Fig. 525 eine teilweise Seitenansicht, Fig. 526 einen teilweisen Grundriß des Stuhles, und Fig. 527 veranschaulicht eine Konstruktionseinzelheit. Die Spindeln *1* des Spinnstuhles tragen die Spulen *3*, auf die sich die künstliche Seide aufwickelt und sind außerdem mit einer kleinen Zylindertrommel *2* von ungefähr dem gleichen Durchmesser wie die Spulen ausgerüstet. Diese zweckmäßig hohle Trommel *2* sitzt fest auf der Spindel *1* und läuft mit dieser um. Um die Spulen *3* auf den Spindeln *1* zu zentrieren und sie zuverlässig mit den Trommeln *2* zu verbinden, sind diese mit drei Armen *4* ausgerüstet, von denen wenigstens einer genügend elastisch ist, um die Spulen einführen zu können. Die Fadenführung zur Spule kann während der Spinnarbeit z. B. wie folgt geschehen: Eine Welle *5*, die den Stuhl der Länge nach durchläuft, dreht sich in Lagern *6*, die in entsprechendem Abstand voneinander vorgesehen sind. Diese Welle wird unter Vermittlung eines Armes *7* (Fig. 523), der an dem einen Wellenende befestigt ist und zwei Rollen *8* trägt, unter Vermittlung der Kurventeile *9* von der Hauptwelle *10* des Stuhles in Hin- und Herbewegung versetzt. Zwischen den Spulen trägt die Welle *5* Fadenführerarme, die aus zwei übereinander angeordneten Teilen be-

stehen. Der eine Teil 11 sitzt fest auf der Welle 5 und macht deren Pendelbewegungen mit, während der andere Teil 12 lose auf der Welle 5 sitzt. Ein Anschlagring 12^{bis} (Fig. 525 und 526) hält den Teil 12 gegen den Teil 11 und verhindert seine Verschiebung in Längsrichtung der Welle 5. Der Teil 11, welcher kürzer ist als der andere Teil, trägt an seinem Ende einen Ausschnitt oder eine Rast 13 (Fig. 527) sowie einen Winkel 14 an der Seite des beweglichen Teiles 12. Der letztere besitzt

Fig. 523.

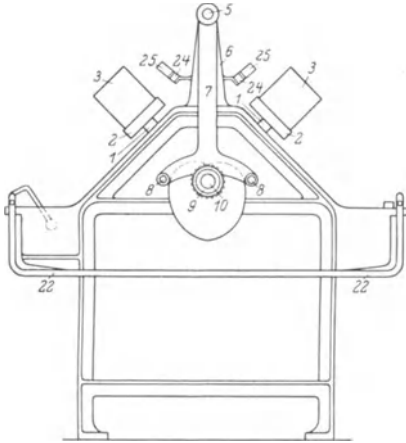


Fig. 524.

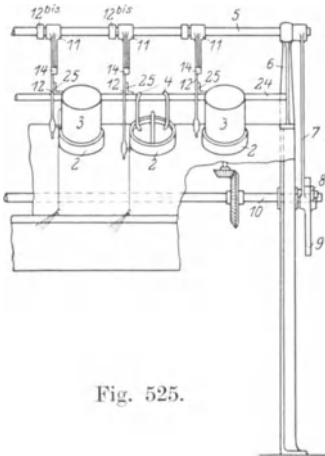
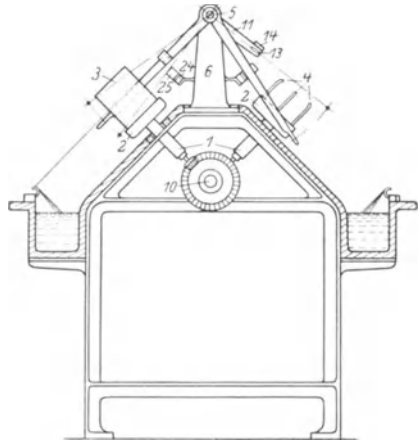


Fig. 525.

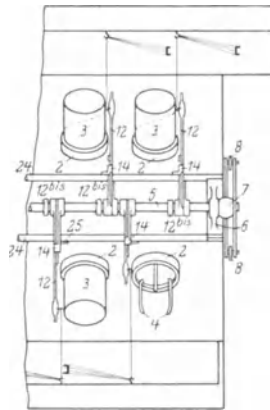


Fig. 526.

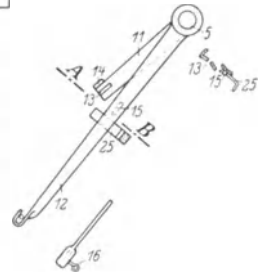


Fig. 527.

einen Vorsprung 15, der in seinen Abmessungen mit der Rast 13 des festen Teiles übereinstimmt. Außerdem weist der bewegliche Teil an seinem Ende ein Führungsauge 16 zum Durchtritt des gesponnenen Fadens auf. In seitlicher Richtung ist der bewegliche Teil etwas federnd ausgebildet. Um den gesponnenen Faden auf die Spule aufzuwickeln,

wird der bewegliche Teil 12 mit dem festen Teil 11 verbunden, was von Hand geschehen kann, indem man den Vorsprung 15 in die Rast 13 einführt. Dies wird durch die Elastizität des Teiles 12 und durch den Winkel 14 erleichtert, der dem Teil 12 als Anschlag dient. Sind die Teile 11 und 12 miteinander verbunden, so wird der Fadenführer 16 von der Kurvenscheibe 9 aus bogenförmig in Hin- und Herschwingung versetzt und bewegt sich dabei an der Spule 3 derart entlang, daß diese kreuzspulenförmig bewickelt wird. Ist die Spule genügend voll, so löst man von Hand die Verbindung zwischen den Teilen 11 und 12 und läßt den Teil 12 nach abwärts fallen. Er ruht dann auf einer Traverse 24 auf, die sich an dem Stuhl der Länge nach hinzieht. Die Traverse 24 trägt in gewissen Abständen Winkel 25, gegen die sich die beweglichen Teile 12 abstützen, so daß die Teile 12 und demzufolge der Fadenführer in Ruhe kommen. Bei dieser Lage der Teile wird der Faden durch den Fadenführer 16 während des Auswechslens der Spulen auf die Trommel 2 aufgewickelt. Ist der Ersatz der vollen Spulen durch leere erfolgt, dann verbindet man die beweglichen Teile 12 mit den festen Teilen 11 und das alte Spiel kann von neuem beginnen.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung an Spinnstühlen für künstliche Seide zum Auswechseln der vollen Spulen durch leere während der Arbeit der Maschine, dadurch gekennzeichnet, daß für jede Spindel (1) eine kleine Zylindertrommel (2) vorgesehen ist, die sich mit der Spindel dreht und ungefähr den gleichen Durchmesser wie die vollen Spulen aufweist, und die nach Füllung der Spule während der Auswechslung den dann weiter gelieferten Faden aufnimmt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß ein aus zwei Teilen (11 und 12) zusammengesetzter Fadenführer verwendet wird, dessen kürzerer Teil (11) mit einer Welle (5) beständig hin und her schwingt, während der lose Teil (12) sich mit diesem kuppeln läßt, wobei nach Füllung der Spulen eine Lösung der Kupplung zwischen den beiden Teilen (11 und 12) stattfindet, und der hin und her schwingende Teil (12) mit dem Fadenführerauge (16) während der Spulenauswechslung den gesponnenen Faden der Zylindertrommel (2) zuführt.

Nach dem Zusatzpatent

1069. D.R.P. 378 231 Kl. 29a vom 19. III. 1922 (gelöscht)

soll eine Vereinfachung und Verbesserung des Gegenstandes der Haupterfindung dadurch erreicht werden, daß die Spulen konzentrisch zu einer Trommel elastisch und leicht lösbar angeordnet sind, so daß sich die Spule während des Betriebes ohne weiteres entfernen und das Fadengut während der Spulenauswechslung auf die innere konzentrisch zur Spule vorgesehene Trommel aufwickeln läßt. Man braucht an den üblichen Fadenführeinrichtungen keine Änderungen anzubringen, denn nach Abnahme der konzentrisch zur Trommel elastisch festgehaltenen Spule bewirkt der Fadenführer ohne Lageänderung das weitere Aufwickeln des Fadens auf der innerhalb der Spule vorgesehenen Trommel. Jede Spindel trägt eine Platte, mit der eine Trommel fest verbunden ist. Auf deren an der Oberfläche vorgesehenen Federn ist die Spule konzentrisch zur Trommel so angebracht, daß man die Spule während der Drehung

der Spindel von der Trommel entfernen und auf diese das weitere Aufwickeln des Kunstseidfadens bewirken kann. (4 Zeichnungen.)

Nach Schultze und Schülke.

1070. Dr. K. Schultze, Jena, und Dr. E. Schülke, Hannover. Spinnspule mit durchlocheter Wandung für Kunstfäden.

D.R.P. 369 245 Kl. 29a vom 20. X. 1921 (gelöscht).

Die Spule ist aus einem Blechzylinder hergestellt, der mit sehr feinen, gleichmäßig verteilten, konischen Löchern versehen ist. Die Anzahl der Löcher beträgt mehrere Hundert bis mehrere Tausend auf den Quadratcentimeter. Um dies zu erreichen, werden die Löcher z. B. gemäß Patent 324 697 durch Ätzung hergestellt. Die große Feinheit der Lochung hat zur Folge, daß der aufgespulte Faden nur kleine, Bruchteile eines Millimeters breite Auflageflächen hat, wodurch ein gleichmäßiges und rasches Auswaschen des Fadens beim Spulen von innen heraus bewirkt werden soll. Die Lochung der Zylinderfläche kann in aufgerolltem oder abgerolltem Zustande erfolgen. Die Spulen können ein inneres Verstärkungsgerüst aus beliebigem Stoff erhalten, auch können sie für bestimmte Zwecke lackiert sein.

Nach Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H.

1071. Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H., Kommandit-Gesellschaft, Berlin. Spinnhülse für Kunstseidespinnmaschinen.

D.R.P. 379 770 Kl. 29a vom 27. VIII. 1920 (gelöscht).

Bisher wurden als Spinnhülsen entweder Hülsen aus imprägniertem und gewickeltem Papier verwendet, oder es wurden Hülsen aus Aluminiumblech gebraucht, die mit einem säureunempfindlichen Lack überzogen waren. Letztere Hülsen bewähren sich gut, sind jedoch teuer, während die Hülsen aus gewickeltem Papier zwar billiger sind, aber nicht so hergestellt werden können, daß sie das Waschen und darauffolgende Trocknen unbegrenzt aushalten können. Vielmehr weichen sie nach wiederholter Benutzung auf und die Fadenlage, die beim Trocknen schrumpft und eine starke Pressung ausübt, neigt dazu, die Hülsen zusammenzudrücken. Tatsache ist, daß man bei Verwendung dieser Papierhülsen ständig mit großem Ausschuß zu rechnen hat. Man hat auch schon vorgeschlagen, Spulen zum Waschen und Trocknen von Kunstseidefäden aus vollem Holz herzustellen. Derartige Holzspulen reißen und springen aber leicht und besitzen ein ziemlich hohes Gewicht. Auch können sie nur bei besonderer Einrichtung auf den üblichen Spinn- und Zwirnmaschinen verwendet werden.

Bei der Spinnhülse nach der Erfindung werden diese Nachteile dadurch beseitigt, daß der Zylinderkörper der Hülse aus wasserfest verleimtem Furnierholz hergestellt ist. Die Hülse wird aus Furnierholz derart gewickelt, daß die einzelnen Holzschichten in der Zylinderachse übereinanderliegen. Zur Verbindung der Holzschichten wird ein nach dem Trocknen wasserfestes Klebemittel, wie Kaltleim, verwendet. Die

so gefertigte Spinnhülse kann noch wasserdicht imprägniert werden, indem sie mit einem wasserunempfindlichen Lack überzogen wird. Die Spinnhülse zeichnet sich durch Haltbarkeit, Billigkeit und Festigkeit aus. Sie wird durch eindringende Feuchtigkeit nicht zerstört und widersteht dem Druck der beim Trocknen schrumpfenden aufgewickelten Fadelage auch in noch feuchtem Zustande. Sie ist außerdem leicht im Gewicht und läßt sich bequem herstellen.

Patentansprüche: 1. Spinnhülse für Kunstseidespinnmaschinen, deren Zylinderkörper aus wasserfest verleimtem Furnierholz hergestellt ist.

2. Spinnhülse nach Anspruch 1. mit wasserdichter Imprägnierung.

Nach Chemische Werke vorm. Auergesellschaft m. b. H.

1072. Chemische Werke vorm. Auergesellschaft m. b. H., Kommanditges., Berlin. Spinnhülse für Kunstseidespinnmaschinen.

D.R.P. 396 306 Kl. 29a vom 9. XII. 1920 (gelöscht), Zus. z. D.R.P. 379 770.

Bei den Holzspulen für Kunstseidespinnmaschinen z. B. nach Patent 379 770 (s. vorstehend) ist es erforderlich, daß sie eine möglichst glatte Oberfläche haben, um eine Beschädigung der äußerst feinen Fäden zu vermeiden. Es wurde gefunden, daß besser als lackierte Spulen Spulen sind, die einen Überzug einer dünnen Zelluloseschicht haben, wie sie aus den an sich bekannten Zelluloselösungen auf dem Holze gefällt werden kann oder solche Spulen, aus denen eine oder wenige Papierlagen mittels wasserfester Klebstoffe, Zelluloselösungen usw. aufgeklebt sind. Die aufgeklebten Papierlagen haben nur den Zweck, auf der Oberfläche der Holzspule eine vollkommen glatte Schicht zu erzeugen. Sie haben nicht den Zweck, die Festigkeit der Spule zu erhöhen oder diese gegen die chemischen Angriffe widerstandsfähiger zu machen. Man kann diese Papierlagen so aufkleben, daß man ein Papierband, das ebenso breit wie die Spule ist, um die Spule ein- oder mehrmals herumwickelt und dafür Sorge trägt, daß die eine Seite immer mit Leim bestrichen ist. Zum Verleimen muß man Leime wählen, die ganz wasserfest sind, da ja die Papierlagen nicht weiter mit einem wasserfesten Lack überzogen werden.

Bei der Verleimung der Holzlagen miteinander mittels Zelluloselösungen oder beim Aufbringen einer Zellulosehaut auf die Spulen oder beim Aufkleben der Papierlagen mit Zelluloselösungen ist es vorteilhaft, das Holz oder das Papier mit solchen Mitteln vorzubehandeln, welche die oberflächlichen Schichten zum Quellen oder zum Lösen zu bringen vermögen, wobei dann durch Zusammenpressen die Verbindung bewirkt wird. Es kann noch ein den angewandten Mitteln entsprechendes Mittel zum Verkleben, Aufkleben oder Überziehen verwendet werden. Beim Verwenden von Acetylzellulose wird man als Quellungsmittel z. B. Ameisensäure verwenden, oder man benutzt z. B. das Pergamentierverfahren. Man erreicht durch dieses autogene Zusammenleimen der oberflächlich gequollenen Lagen eine viel innigere und wasserfestere Verbindung, die bei so hoch beanspruchten Spulen wie die der Kunstseidenindustrie von sehr großem Vorteil ist. Auch die Anwendung zweier sich

gegenseitig ausfallender Leime, wie z. B. Eiweißleim und Zellstoffablaugenleim, führt zu einer besonders wasserfesten Verleimung. Die mechanische Festigkeit der Spulen ist wesentlich größer, wenn die verschiedenen Holzlagen der Spulen schräg oder kreuzweise nach der Wachstumsrichtung des Holzes verleimt sind. Wird das Holz nur nach einer Richtung gewickelt, so soll die Wachstumsrichtung parallel zum Mantelumfang liegen. Hierbei ist es gleichgültig, ob man die verschiedenen Lagen aus einem Stück oder mehreren zusammengesetzten herstellt.

Patentansprüche: 1. Spinnhülse für Kunstseidespinnmaschinen nach Patent 379 770, dadurch gekennzeichnet, daß sie mit einer Zellosose-schicht ein- oder zweiseitig überzogen ist.

2. Spinnhülse nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzielung einer glatten Oberfläche auf ihr eine oder wenige Lagen Papier wasserfest angeklebt sind.

3. Spinnhülse nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Papierlagen mit zwei sich gegenseitig ausfallenden Klebstoffen aufeinander aufgeklebt sind.

4. Spinnhülse nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die verschiedenen Lagen von Holz, Zellulosehaut unter Quellung oder Lösung der oberflächlichen Schichten und Anwendung von Druck ohne Benutzung eines artfremden Klebstoffes zusammengeleimt sind.

Nach Chartron.

1073. J. Chartron. Verbesserung an Spulen für künstliche Seide.

Franz. P. 551 802 vom 18. V. 1922.

Die Spule besteht aus Metall, das gefirnißt sein kann, und ist mit Papier oder Gewebe überzogen, das mit Kunstharz getränkt ist. Das Papier oder Gewebe legt sich fest an das Metall an. Die Spule ist widerstandsfähig gegen die bei der Herstellung der Kunstseide verwendeten Stoffe und wird auch durch Hitze nicht verändert.

Nach Società Metallurgica Italiana.

1074. Società Metallurgica Italiana. Spule für künstliche Seide.

Franz. P. 565 045 vom 12. IV. 1923 (Prior. Ital. 20. VI. 1922).

Die Spule besteht aus Nickel oder besonderen Nickellegierungen. Ihr zylindrischer Teil wird vorzugsweise gelocht ausgeführt.

Nach Kuhn.

1075. A. D. J. Kuhn, Liebenwerda, und L. Kuhn, Podejuch b. Stettin.

Spulenhalter für Kunstfädenspinnmaschinen.

D.R.P. 381 290 Kl. 29a vom 1. IX. 1922.

Die im Gebrauch befindlichen Spulenhalter zeigen verschiedene Nachteile. Ihr Eigengewicht ist vielfach hoch und die Befestigung der Spulenhalter auf der rasch laufenden Spindel so, daß die Nabe des Spulenhalters unzentrisch zum Spindelmittel der Spinnmaschine ge-

drückt wird und bei der hohen Umdrehungszahl der Spindel und dem hohen Eigengewicht des länglich gebauten Spulenhalters letzterer zum Schleudern oder Schlagen neigt. Selbst schwaches Schleudern (Schlagen) des Spulenhalters und der auf ihn aufgezogenen Spule führt schon zu einem ungleichmäßigen Ziehen der auf die Spule aufzuwickelnden Fäden und damit zu ihrer ungleichmäßigen Stärke, welcher Fehler meistens erst beim Ausfärben der Kunstfäden bemerkt wird. Die auf die Spulenhalter bekannter Konstruktion aufzuschiebenden Spulen werden lediglich durch einige kurze in dem Spulenhalter eingeklemmte Fassongummistücke gehalten. Die Spule hat dadurch nur einige kurze Trag- und Reibungsflächen auf den erwähnten Gummistücken, welche letztere daher auch einer gewissen Beanspruchung und durch das häufige Wechseln der Spulen selbst auch einer starken Abnutzung unterworfen sind. Abgenutzte Fassongummistücke führen zu losem Sitzen der Spulen auf den Spulenhaltern und zu schwachem Schleudern (Schlagen) der Spulen, was wiederum ein ungleichmäßiges Ziehen an den aufzuwickelnden Kunstfäden und eine ungleichmäßige Kunstfadenstärke bringt. Die in Spulenhaltern bekannter Ausführung eingeklemmten Fassongummistücke müssen, da ein Nachstellen oder Umstecken derselben nicht möglich ist, öfters ausgewechselt werden, was reichlich Arbeit und hohe Kosten verursacht.

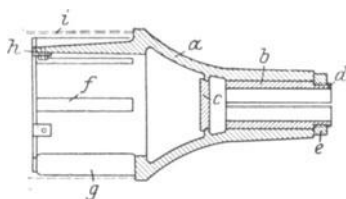


Fig. 528.

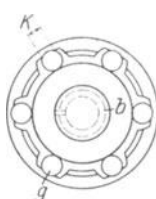


Fig. 529.

Gegenstand der Erfindung ist nun ein Spulenhalter mit einer Nabenbefestigung, die einen vollkommen zentrischen Lauf des Spulenhalters sichert und eine neuartige Spulenhalteeinrichtung, welche der Spule einen festen und zentrischen Sitz auf dem Spulenhalter bringt.

Fig. 528 zeigt einen nach der Erfindung konstruierten Spulenhalter und Fig. 529 den Querschnitt davon. Die Nabe des Spulenhalters *a* besitzt eine schwach konische Bohrung, in welche ein mit der Spindelbohrung versehenes geschlitztes Spannfutter *b* durch Öffnung des Deckels *c* eingeführt wird, worauf der Deckel *c* eingesetzt wird. Auf dem außerhalb der Spulennachse liegenden Gewindeende *d* des geschlitzten Spannfutters *b* ist eine Mutter *e* aufgesetzt, mit welcher das geschlitzte Spannfutter *b*, nachdem der Spulenhalter *a* auf die Spindel der Spinnmaschine gesetzt ist, angezogen wird und sich dabei vollkommen zentrisch umlaufend auf die Spindel festzieht. Beim Abnehmen des Spulenhalters *a* von der Spindel ist lediglich die Mutter *e* etwas zu lösen und das geschlitzte Spannfutter *b* zurückzuschlagen, worauf der Spulenhalter *a* von der Spindel genommen werden kann. Deckel *c* verhindert den Zutritt der Säure zu dem geschlitzten Spannfutter *b* und zu dem Spindelende. Für die Haltung der auf den Spulenhalter *a* leicht aufschiebenden Spulen sind in den runden länglichen Schlitzen *f* längliche Rundgummistücke *g* eingeschoben und durch den Kopfring *h* gegen Herausziehen

oder Herausfliegen gesichert. Sechs längliche Rundgummistücke g sind im Umfang des Spulenhalters a vorgesehen, um dadurch der Spule i viele Trag- und Reibungsflächen von größerer Länge zu bieten und eines ganz runden Laufes der Spule i sicher zu sein. Haben sich die vor dem Spulenhalterumfang vorstehenden Trag- und Reibungsflächen der Rundgummistücke g abgenutzt, so werden sie nach Abnahme des Kopfringes h aus den länglichen Schlitten f herausgezogen und um die Breite k verdreht wieder in die Schlitten f eingesetzt und durch den Kopfring h gedeckt. Auf diese Weise ist die noch nicht abgenutzte Trag- und Reibungsfläche der einzelnen Rundgummistücke g nach außen gekommen. Dieses Verdrehen der Rundgummistücke g kann so lange wiederholt werden, bis der Umfang der einzelnen Rundgummistücke g abgearbeitet ist und den Spulen keine Trag- und Reibungsfläche mehr bietet.

Fig. 530 und 531 zeigen einen ebensolchen Spulenhalter, dessen geschlitztes Spannfutter l jedoch von außen in die konische Bohrung der Nabe des Spulenhalters a eingeschoben wird. Nachdem Spulenhalter a mit dem geschlitzten Spannfutter l auf die Spindel der Spinnmaschine gesetzt ist, schiebt sich

durch Anziehen der Überwurfmutter m das geschlitzte Spannfutter l in die Nabe des Spulenhalters a hinein und klemmt letzteres zentrisch zum Spindelmitte auf der Spindel fest. Der Boden n des Spulenhalters a verhütet den Zutritt der Säure zum Spindelende und zum geschlitzten Spannfutter l . Beim Abnehmen des Spulenhalters a von der Spindel ist nach Lösung der Überwurfmutter m der Spulenhalter durch leichten Schlag von der Spindel zu lösen.

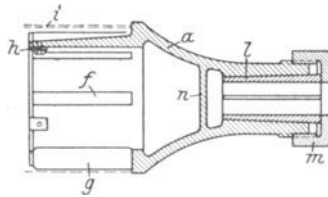


Fig. 530.

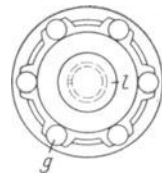


Fig. 531.

Patentansprüche: 1. Spulenhalter für Kunstfädenspinnmaschinen gekennzeichnet durch einen im Spulenhalter (a) eingeschraubten Flüssigkeitsabschlußdeckel (c) und eine mit konischer Bohrung versehene Nabe mit eingeschobenem geschlitztem Spannfutter (b), welches letzteres die Bohrung der Spinnmaschinenspindel und eine außen gegen die Nabe liegende Mutter (e) besitzt, so daß durch Anziehen der Mutter (e) der Spulenhalter (a) zentrisch zum Spindelmitte auf die Spinnmaschinenspindel gezogen wird.

2. Spulenhalter nach Anspruch 1, bei welchem das geschlitzte Spannfutter (l) von außen in die konische Nabenbohrung des Spulenhalters (a) eingeschoben wird und durch Anziehen der Überwurfmutter (m) sich der Spulenhalter (a) auf dem geschlitzten Spannfutter (l) und letzteres auf der Spindel der Spinnmaschine festzieht und der Flüssigkeitsabschlußboden (n) in den Spulenhalter (a) eingegossen ist.

3. Spulenhalter nach Anspruch 1 und 2, bei welchem als Trag- und Reibungsflächen für die leicht aufschiebbaren Spulen (i) in längliche

Schlitze (*f*) eingeschobene und durch Kopfring (*h*) gedeckte Rundgummistücke (*g*) Verwendung finden, welche letztere den Spulen selbst viele Trag- und Reibungsflächen bieten und einen ganz runden Lauf der Spulen (*i*) sichern, und welche je nach der Abnutzung sich in den länglichen Schnitzeln (*f*) drehen lassen, wodurch den einfachen Rundgummistücken eine lange Lebensdauer gegeben wird.

1076. A. D. J. Kuhn, Liebenwerda, und L. Kuhn, Podejuch. Spulenhalter für Kunstfädenspinnmaschinen.

D.R.P. 387 815 Kl. 29a vom 11. I. 1923 (gelöscht), Zus. z. D.R.P. 381 290.

Beim Spulenhalter nach dem Hauptpatent 381 290 (s. vorstehend) kann es vorkommen, daß die die Spulen tragenden Rundgummistücke, wenn sie zur Bildung neuer Tragflächen mehrere Mal verdreht worden sind, in ihrem Sitz locker werden und sich selbsttätig verdrehen. Dadurch verliert die Spule ihren genauen sicheren Sitz. Zur Abstellung dieses Übelstandes werden nach der Erfindung die Rundgummistücke auf zur Spulenhaltermitte zentrisch angeordnete feste Haltestifte ge-

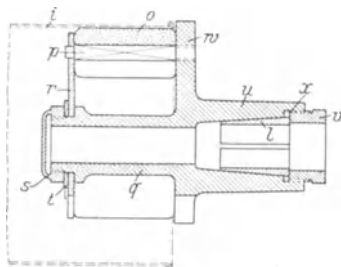


Fig. 532.

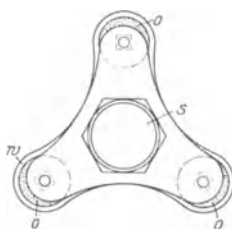


Fig. 533.

steckt, die kantigen Querschnitt besitzen. Da die Rundgummistücke eine entsprechende genaue Öffnung haben, so können sie sich niemals willkürlich verdrehen.

Der Spulenhalter ist durch Fig. 532 und 533 im Schnitt und in der Draufsicht dargestellt. Die Nabe *u* des Spulenhalters geht in eine sternförmige Scheibe über, die z. B. drei Zacken *w* besitzt, in denen Haltestifte *p* eingeschraubt sind. Auf diese Stifte *p*, die einen z. B. vier-, sechs- oder achtkantigen Querschnitt besitzen, ist je ein Rundgummistück *o*, das eine ebensolche Bohrung hat, genau passend aufgeschoben. Die Stifte *p* und Rundgummistücke *o* werden durch eine gemeinsame Scheibe *r*, die mittels Scheibe *t* und Überwurfmutter *s* auf dem Nabenschaft *q* befestigt ist, zentrisch und gegen Herausgehen gehalten. Es sitzen daher die Stifte *p* und die Rundgummistücke *o* stets zentrisch zur Spulenhaltermitte, so daß die Spule *i* nie schleudern kann. Da die Rundgummistücke *o* infolge ihrer Lagerung sich nicht willkürlich drehen, aber doch bei Abnutzung um ein entsprechendes Stück gedreht werden können, so ist eine Lösung und eine exzentrische Lage der Spule *i* ausgeschlossen. Die Nabe *u* des Spulenhalters besitzt genau die im Hauptpatent beschriebene Bauart mit dem geschlitzten kegelförmigen Spann-

futter l , dieses wird aber hier mittels einer Mutter v , welche in Innengewinde x der Nabe u eingeschraubt wird, festgezogen oder gelöst. Ein Boden zum Schutz des Spannfutters und des Spindelendes vor der Säure ist hier unnötig, da die oben geschlossene Überwurfmutter s diesen Schutz mit besorgt.

Patentanspruch: 1. Spulenhalter für Kunstfädenspinnmaschinen nach Patent 381 290, dadurch gekennzeichnet, daß die Rundgummistücke (o) auf am Spulenhalter (u, w) befestigte Haltestifte (p), welche eckigen, z. B. viereckigen Querschnitt besitzen, genau passend aufgeschoben sind.

2. Spulenhalter nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Haltestifte (p) und Rundgummistücke (o) durch eine gemeinsame, am Nabenfortsatz (q) mittels einer oben geschlossenen Überwurfmutter (s) befestigte Scheibe (r) gehalten werden.

1077. A. D. J. Kuhn, Liebenwerda, und L. Kuhn, Podejuch. Spulenhalter für Kunstfädenspinnmaschinen.

D.R.P. 387 816 Kl. 29a vom 23. I. 1923 (gelöscht).

Der Spulenhalter nach dem Hauptpatent 381 290 (s. S. 897) soll vereinfacht werden, um einerseits an Gummi zu sparen, andererseits aber eine leichtere Nachstellbarkeit der Spulensitzfläche, wenn sie abgenützt ist, zu erreichen. Dazu wird gemäß der Erfindung anstatt der axial angeordneten Rundgummistücke am außen zylindrisch gestalteten Spulenhalter ein Rundgummiring angeordnet, der etwas über die Zylinderfläche des Spulenhalters vorsteht und, wenn er an seiner Spulensitzfläche abgenützt ist, durch Zusammendrücken mittels eines Ringes so vergrößert werden kann, daß die Spule wieder fest und dabei genau zentrisch sitzt. Fig. 534 zeigt den Spulenhalter im Längsschnitt. Die Nabe u des Spulenhalters erweitert sich zu dem zylindrischen Körper y , der unten, wo sich die Spule l aufsetzt, eine kegelförmige Erweiterung z und einen Rand l besitzt. Der Kegel z dient zum Zentrieren des Spulendes 2. Die weitere Zentrierung und Befestigung der Spule l wird durch den Vollgummiring 3 erzielt, der auf dem Rand 4 aufsitzt und mittels einer Ringmutter 5 zusammengedrückt und nach außen gedrängt werden kann. Hat sich daher der Ring 3 durch öfteres Aufstecken der Hülse 1 abgenützt, so kann er durch Anziehen der Mutter 5 so viel vergrößert werden, daß die Spule 1 nach dem Aufstecken wieder fest und dabei immer zentrisch sitzt. Das Wesentliche ist also, daß der Ring im Durchmesser vergrößert werden kann, wie das geschieht, ist gleichgültig; man könnte z. B. auch einen Hohlring verwenden und in ihn Preßluft einführen usw. Ebenso können auch zwei solcher Ringe

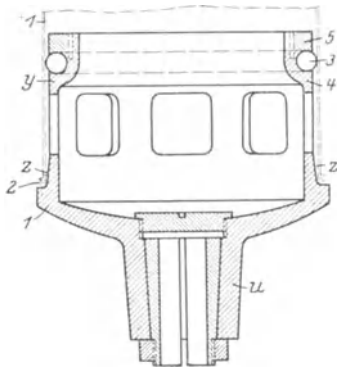


Fig. 534.

angewendet werden. Der Ring 3 muß nicht unbedingt Kreis-, er kann auch z. B. Trapezquerschnitt haben, dessen Grundlinie nach außen gegen die Spule liegt. Auch bei der beschriebenen Art von Spulenhaltern wird der Umfang des Spulentragkörpers stets zentrisch zum Spindelmittel und unbedingt rund laufen.

Patentansprüche: 1. Spulenhalter für Kunstfädenspinnmaschinen nach Patent 381 290, dadurch gekennzeichnet, daß die Nabe (u) des Spulenhalters zu dem zylindrischen Spulentragkörper (y) erweitert und der Körper (y) oben mit einem im Umfang je nach der Abnutzung einstellbaren, ausdehnbaren Spulentragring (3), unten mit einem kegelförmigen Ansatz (z) zum Zentrieren des Spulenendes und einem Rand (l) versehen ist.

2. Spulenhalter nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Ring (3) mittels einer Mutter (5) zusammendrückbar ist, wodurch der Durchmesser vergrößert wird.

Nach Renaudin und Cusin.

1078. A. Renaudin und M. Cusin, Lyons. Aufwickelspule für Kunstseide und ähnliche Produkte.

Franz. P. 572 772 vom 13. II. 1923; brit. P. 226 683.

Die Spule aus unangreifbarem Stoff ist an den Enden, um Absplittern, Abplatzen, Rissigwerden usw. zu verhindern, mit umgelegten Kappen aus Blei, Aluminium oder Hartgummi versehen, die durch Einschnürungen festgehalten werden. (Zeichnung.)

Nach Metallhütte Baer & Co.

1079. Metallhütte Baer & Co., Kommanditges., Hornberg, Schwarzwaldbahn. Becherförmiger Spulenträger in einem Stück für die Kunstseideherstellung.

D.R.P. 398 345 Kl. 29a vom 16. VI. 1923.

Die Erfindung bezieht sich auf einen becherförmigen Spulenträger für die Kunstseideherstellung, der in einem Stück aus Feuertonmasse oder anderen Werkstoffen, wie keramischen Stoffen, Metallen oder Legierungen, u. a. Aluminium, hergestellt ist. Die Befestigung eines solchen Spulenträgers auf der Spindel wird nach der Erfindung mit einfachen und sicheren Mitteln bewirkt, indem an dem das Loch für die Spindel aufnehmenden Fuß des Spulenträgers eine Lagerstelle ausgespart ist, in die zwischen den Träger und die Spindel ein Keil eingeschoben werden kann. Dieser Keil sitzt vollkommen verdeckt in dem Fuß des Spulenträgers und kann durch eine kleine Schraube gegen die Welle angedrückt werden. Die Befestigungsschraube ist vollständig versenkt, wodurch ein vollkommener Schutz für die aufzuwickelnde Seide und für den handhabenden Arbeiter erreicht wird. Da der Fuß mit dem Becher des Spulenträgers aus einem Stück besteht, wird ein Unrundlaufen vollkommen vermieden, während die Herstellung des gesamten Stückes aus einer homogenen Masse jede spätere Formveränderung ausschließt. Eine Verbesserung des neuen Spulenträgers

kann dadurch bewirkt werden, daß seine Tragfläche mit auf den Umfang verteilten einzelnen Gummikissen besetzt ist. Hierdurch wird ein elastisches und sicheres Festhalten der Spule in dem Träger ermöglicht. Es ist aber zu bemerken, daß auch ohne die Gummifutter ein Anhaften der Spulen bis zu einem gewissen Grade dadurch erreicht werden kann, daß man die Masse an den Tragflächen rauß läßt oder auch die Tragfläche schräg ausführt.

Fig. 535 zeigt eine Ausführungsform des Erfindungsgegenstandes im Schnitt durch die Längsachse in Ansicht, Fig. 536 eine zweite Ausführungsform des Erfindungsgegenstandes im Schnitt, Fig. 537 die Ausbesserung eines gebrochenen Spulenträgerfußes im Schnitt und in Ansicht.

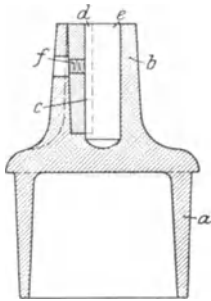


Fig. 535.

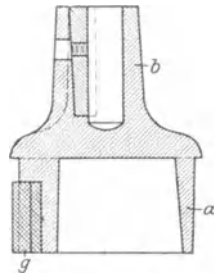


Fig. 536.

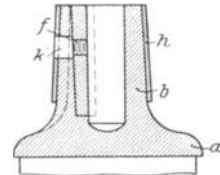


Fig. 537.

Der Spulenträger ist aus einem Stück aus feuerfestem Ton gepreßt oder aus anderen Werkstoffen, wie keramischen Massen, Metallen od. dgl. hergestellt und besteht aus dem Becher *a* und dem Fuß *b*. Der Fuß besitzt eine Lagerstelle *c* für den Keil *d*, sowie ein Loch *e* für die Spindel. Der Keil wird durch eine versenkte Schraube *f* gegen die Spindel gepreßt. Bei der Ausführungsform nach Fig. 536 ist der äußere Umfang des Bechers *a* mit Gummikissen *g* besetzt. Über einen zerbrochenen Fuß kann eine Eisenblechhülle *h* mit säurefest lackierter Außenfläche geschoben werden. Die Hülle ist der Form des Spulenträgerfußes genau angepaßt und besitzt ein Langloch *k*, durch welches die versenkte Schraube *f* zugänglich ist.

Patentansprüche: 1. Becherförmiger Spulenträger in einem Stück für die Kunstseideherstellung, dadurch gekennzeichnet, daß zur Befestigung auf der Spindel ein Keil dient, der, in einer vollständig verdeckten Lagerstelle des Spulenträgerfußes untergebracht, durch eine versenkte Schraube gegen die Spindel gedrückt wird.

2. Spulenträger nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß seine Tragfläche mit über den Umfang verteilten Gummikissen besetzt ist.

Nach Küttner, Hillringhaus und Fuchs.

1080. Firma Fr. Küttner, H. Hillringhaus und M. Fuchs, Pirna a. d. Elbe.
Spulenantrieb für Kunstseidespinnmaschinen.

D.R.P. 417 941 Kl. 29a vom 25. III. 1924.

Es ist bekannt, die Spulen von Kunstseidespinnmaschinen durch unmittelbar auf die Fadenlagen wirkende Reibwalzen anzutreiben, auch

in der Weise, daß die Spulen durch Gewichtshebel angedrückt werden. Es ist ferner, freilich nicht bei solchem unmittelbaren Spulenantrieb durch Umfangsreibung, bekannt, zwei abwechselnd mit den Spulen zu beschickende Spulenträger an den Armen eines zwei- und gleicharmigen Hebels anzubringen, so daß durch Herumschwenken des Hebels der eine oder andere mit der Spule besteckte Spulenträger in die Arbeitsstellung gelangt. Diese bekannte Anordnung wird erfindungsgemäß bei dem unmittelbaren Antrieb durch Umfangsreibung dazu nutzbar gemacht, das

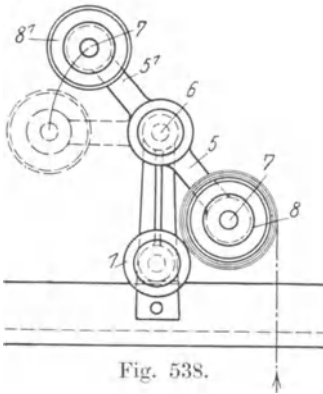


Fig. 538.

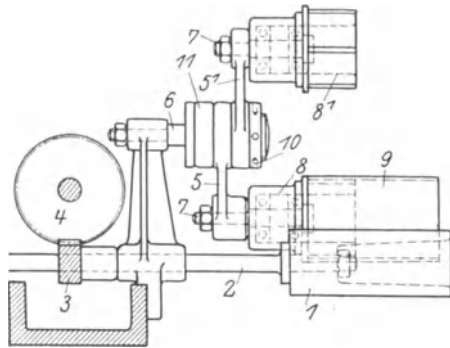


Fig. 539.

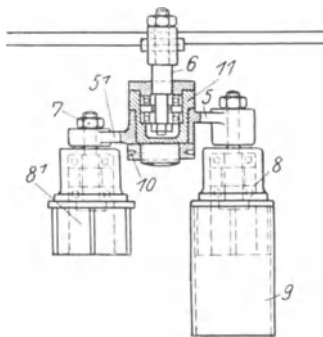


Fig. 540.

Andrücken der Spule an die treibende Reibwalze zu regeln. Je nach der Lage des Hebeldrehpunktes mit Bezug auf die treibende Reibwalze und je nach der Winkelstellung der beiden Hebelarme verkleinert oder vergrößert das Moment des jeweils leeren Spulenträgers den Druck der Spule an die Reibwalze. Macht man nun den Hebel hinsichtlich der Winkelstellung der beiden Arme verstellbar, so kann man das Moment des leeren Trägers und mit ihm das Andrückmoment der Spule an die Reibfläche einregeln.

Erläuternd sei noch bemerkt, daß sich bei der Zunahme der Bepflügelung die Winkelstellung des Hebels und mit ihr das Andrückmoment natürlich verändert, diese Veränderung kann durch die erfindungsgemäße Anordnung nicht ausgeglichen werden, sie ist aber auch wegen des verhältnismäßig geringen Unterschiedes im Durchmesser der leeren und der vollen Spule unschädlich; die erfindungsgemäße Regelung des Andrückmomentes richtet sich auf dessen Mittelwert.

Eine Ausführungsform der Erfindung ist durch Fig. 538 in der Vorderansicht, durch Fig. 539 in der Seitenansicht, durch Fig. 540 im Grundriß eines Einzelsystems dargestellt, wobei aber in Fig. 540 die treibende Reibwalze weggelassen ist.

Es bezeichnet *1* die treibende Reibwalze aus nicht zu glattem Porzellan, Glas, Hartgummi od. dgl., welche durch ihre Achse *2* und ein Schraubenräderpaar *3, 4* mit gleichbleibender Geschwindigkeit gedreht wird. An den Armen *5, 5¹* eines um den Zapfen *6* auf Kugellagern leicht drehbaren gleicharmigen Hebels sind um die Zapfen *7* die Spulenträger *8, 8¹* leicht drehbar. Einer davon, *8*, nimmt jeweils die Spule *9* auf und legt sich mit ihr der Antriebswalze *1* an. Der andere Spulenträger *8¹* am Arme *5¹* bleibt jeweils leer.

Eine Betrachtung der Fig. 538 lehrt, daß der leere Spulenträger *8¹*, weil er sich links von der durch die Hebelachse gehenden senkrechten Ebene befindet, den Druck der Spule gegen die Reibscheibe vermindert, daß aber diese Druckverminderung durch Veränderung der Winkelstellung der beiden Hebelarme verändert, z. B. verstärkt werden kann, wenn Arm *5¹* aus der in ausgezogenen Linien dargestellten Stellung in die in gestrichelten Linien dargestellte Stellung gebracht wird. Liegen beide Spulenträger auf derselben Seite der erwähnten senkrechten Ebene, so vergrößert das Moment des leeren Spulenträgers den Druck der Spule gegen die Reibscheibe. Auch in diesem Falle kann das Moment durch Veränderung der Winkelstellung der beiden Hebelarme verändert werden. Wie aus Fig. 540 ohne weiteres hervorgeht, kann nach Lockern der Mutter *10* auf dem Lagerauge *11* der eine Hebelarm gegen den anderen verdreht, also die Winkelstellung der Arme *5* und *5¹* zueinander verändert werden.

Patentanspruch: Spulenantrieb für Kunstseidespinnmaschinen mit Drehung der Spulen durch unmittelbar auf die Fadenlagen drückende Reibwalzen, dadurch gekennzeichnet, daß ein in der senkrechten Ebene der Reibwalzenachse gelagerter zwei- und gleicharmiger Hebel (*5, 5¹*), der in an sich bekannter Weise zwei abwechselnd mit Spulen besteckte Spulenträger (*8, 8¹*) trägt, hinsichtlich der Winkelstellung der beiden Hebelarme zueinander verstellbar ist, zur Regelung des Andruckes des besetzten Spulenträgers (*8*) an die treibende Reibwalze.

1081. Firma Fr. Küttner, H. Hillringhaus und M. Fuchs, Pirna a. Elbe.
Spulenträger für Kunstfädenspulen.

D.R.P. 421 342 Kl. 29a vom 27. XI. 1924.

Spulenträger für Kunstseidespinnmaschinen, bei denen der hohlzylindrische Spulenkörper auf walzenförmige Auflager am Spulenkörperträger aufgesteckt wird, sind bekannt; hier bilden aber die mit Bezug auf den Spulenkörperträger ortsfesten und undrehbaren Gummwalzen lediglich elastische Tragrippen. Erfindungsgemäß sind die Walzen, die zweckmäßig auch hier aus Weichgummi bestehen oder doch mit einem Weichgummimantel versehen sind, in Aussparungen des Spulenträgerkörpers, welche nach außen gehende Steigflächen bilden, beweglich. So entsteht ein Gebilde, welches im Zusammenhange mit dem Spulenkörper nach Anordnung und Wirkung den bekannten Klemmsperren mit Walzen entspricht. Bei einer gewissen Drehrichtung des die Walzen tragenden Körpers laufen diese durch die Reibung an einem

sie umfassenden hohlzylindrischen Teil längs der Steigflächen nach außen und nehmen den besagten hohlzylindrischen Teil durch die Klemmung mit, während bei umgekehrter Drehrichtung Freilauf eintritt. Dementsprechend wird beim Erfindungsgegenstand der Spulenkörper durch eine beim Aufstecken eintretende relative Rückwärtsverdrehung festgeklemmt und in der Folge mitgedreht, während eine relative Vorwärtsverdrehung des Spulenkörpers gegen die weiterlaufende Spulenträgerachse die Lösung der Klemmung und ein leichtes Abziehen des Spulenkörpers ermöglicht.

Eine Ausführungsform ist durch Fig. 541 im senkrechten Längsschnitt nach Linie *I—I* der Fig. 543, durch Fig. 542 in einer Ansicht des eigentlichen Spulenträgerkörpers mit den Walzen, durch Fig. 543 in der Vorderansicht dargestellt. Fig. 544 zeigt eine der Walzen im

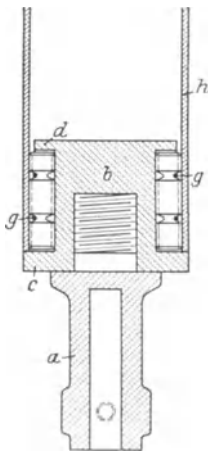


Fig. 541.

Fig. 542.

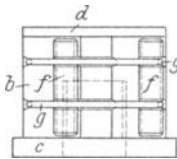


Fig. 544.

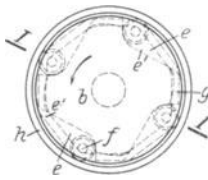


Fig. 543.

Schnitt. Mit der auf der Spulenträgerachse zu befestigenden Büchse *a* ist der Spulenträgerkörper *b* verschraubt. In seinem mittleren Teile, zwischen den flanschartigen Rändern *c* und *d*, erhält der Körper *b* bei zylindrischer Grundform die aus Fig. 543 ersichtlichen Aussparungen *e*, welche die Steigflächen *e'* bilden. In diesen Aussparungen liegen die Walzen *f*, die nach Fig. 544 aus einem Hartgummikern mit Weichgummimantel bestehen. Die Walzen werden gegen Abfallen vom Körper *b* durch zwei Weichgummiringe *g* gehalten, welche sich in rundlaufende Nuten der Walzen und in Nuten der zwischen den Aussparungen stehen gebliebenen Vorsprünge des Körpers *b* einlegen. Wird bei Umlauf des Spulenträgers *a—b* in der Pfeilrichtung (Fig. 543) der hohlzylindrische Spulenkörper *h* aufgesteckt, so bedeutet die Weiterdrehung des Spulenträgers eine relative Rückwärtsdrehung des Spulenkörpers. Durch die Reibung an seiner Innenfläche werden auch die Walzen *f* relativ zurückgehalten, die nun durch Auflaufen auf die Steigflächen *e'* den Spulenkörper festklemmen. Sollte der lichte Durchmesser des Spulenkörpers etwas zu groß sein, so daß die vorausgesetzte Reibung fehlt, so führt etwas schiefes Halten oder einseitiges Andrücken des Spulenkörpers die gewollte Wirkung sofort herbei. Von der Lage der Steigflächen *e'* hängt es ab, ob die Klemmung mehr oder minder groß wird. Ist sie so groß, daß ein axiales Abziehen der Spule mit mäßigem Kraftaufwand nicht möglich ist, so führt eine ruckweise Verdrehung der Spule im Sinne

des Voreilens gegen den weiterlaufenden Spulenträger sofort zur Lösung.

Patentansprüche: 1. Spulenträger für Kunstfädenspulen mit walzenförmigen Auflagern für den hohlzylindrischen Spulenkörper, dadurch gekennzeichnet, daß die Walzen (f) in Steigflächen (e') bildenden Aussparungen (e) des Trägerkörpers (b) derart beweglich gelagert sind, daß sie bei einer beim Aufstecken des Spulenkörpers eintretenden relativen Rückwärtsverdrehung zwischen Spulenträger und Spulenkörper durch Auflaufen auf die Steigflächen den Spulenkörper festklemmen.

2. Spulenträger nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Walzen (f) in den Aussparungen (e) durch um Spulenträgerkörper (b) und Walzen herumgelegte, sich in Nuten der Walzen einlegende Weichgummiringe (g) gehalten werden.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

1082. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Spulenzange für Kunstseidenspinnspulen.

D.R.P. 418 523 Kl. 29a vom 23. VIII. 1924.

Die in der Zeichnung (Fig. 546 in Ansicht, Fig. 547 in Aufsicht) dargestellte Spulenzange soll vornehmlich in der Kunstseidenindustrie Verwendung finden. Die Kunstseide wird an den Spinnmaschinen gewöhnlich auf runde Spulen aufgesponnen, die auf sog. Spulenhalter gesteckt und auf diesen durch Pressung festgehalten werden. Diese Pressung muß, um ein sicheres Festhalten der Spulen auf den Spulenhaltern zu gewährleisten, verhältnismäßig stark sein. Es verursacht daher eine gewisse Mühe und einen ziemlich beträchtlichen Zeitaufwand, sämtliche Spulen an einer Maschine (es kommen für jede Maschine meist mehrere hundert Stück in Betracht) von Hand aufzustecken. Noch umständlicher gestaltet sich das Abnehmen der Spulen nach Beendigung des Spinnvorganges. Die Spulen werden während des Bespinnens feucht; der unbesponnene Rand, an dem die Spule nur angefaßt werden darf, ist schmal, so daß die Hand nur eine geringe Haltfläche findet und leicht abgleitet. Es kommt daher häufig vor, daß die Spinner, um eine größere Kraft anwenden zu können, die Spulen nicht nur an dem schmalen, unbesponnenen Rand anfassen, sondern auf das frische, noch feuchte Gespinst greifen und dieses dadurch verletzen, so daß es unbrauchbar wird. Es entstehen dadurch oft Verluste, die bisweilen mehrere Hundertteile der gesamten Erzeugung betragen.

Die genannten Übelstände werden durch die Anwendung des in der Zeichnung dargestellten Werkzeuges, genannt „Spulenzange“, vermieden. Die Spulenzange besteht aus den beiden Hebelarmen h_1 und h_2 , die durch den Zapfen z verbunden und um diesen drehbar angeordnet sind. Eine zwischen den beiden Hebelarmen h_1 und h_2 angebrachte Feder f sichert die Ruhelage der beiden Arme. Mit dem langen Hebelarm h_1 bzw. h_2 ist der kurze Hebelarm c_1 bzw. c_2 starr verbunden. Mit

dem kurzen Hebelarm c_1 ist durch Gelenk g_1 die Backe b_1 verbunden, ebenso mit dem kurzen Hebelarm c_2 durch Gelenk g_2 die Backe b_2 . Die beiden Backen b_1 und b_2 sind durch die Parallelführung p miteinander verbunden; außerdem sind beide Backen mit einem elastischen Überzug d_1 und d_2 , der z. B. aus Gummistoff bestehen kann, überzogen, um den Druck, den die beiden Backen ausüben sollen, gleichmäßig zu verteilen und elastischer zu gestalten. Die Backe b_1 kann mit einem Anschlag a_1 und die Backe b_2 ebenso mit einem Anschlag a_2 versehen werden, um die Einstecktiefe der Zange zu begrenzen, und um außerdem mittels dieser Anschläge beim Einstecken der Spulen einen größeren Druck auf diese ausüben zu können.

Der Arbeitsvorgang ist folgender:

Die Spule s (Fig. 545) wird dadurch gefaßt, daß die Zange in dem in Fig. 546 dargestellten Ruhezustand in der Pfeilrichtung in die Spule eingeführt wird, und zwar bis zu den auf den beiden Backen befindlichen Anschlägen a_1 und a_2 . Durch Zusammendrücken der beiden Hebelarme

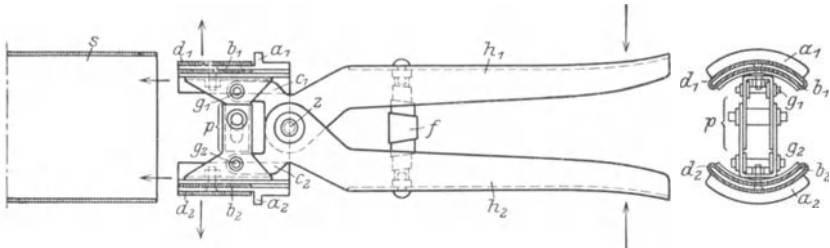


Fig. 545.

Fig. 546.

Fig. 547.

h_1 und h_2 spreizen sich die beiden Backen b_1 und b_2 auseinander und pressen sich mit ihrer Rundung (vgl. Fig. 547), die genau der Rundung der Spule s entspricht, an die innere Spulenwandung. Durch diese Pressung wird die Spule sehr fest gefaßt und kann entweder, wenn es sich um eine leere Spule handelt, auf den Spulenhalter aufgesetzt werden, wobei auch die Anschläge a_1 und a_2 benutzt werden, um den Druck zu erhöhen, oder sie kann, wenn es sich um eine fertig besponnene Spule handelt, leicht abgezogen werden, und zwar ohne daß das frische Gespinnst irgendwie berührt wird.

Patentanspruch: Spulenzange für Kunstseidenspinnspulen, dadurch gekennzeichnet, daß die in ihrer Form der Rundung der Spule angepaßten, mit Anschlag versehenen, mit Gummi oder einem ähnlichen elastischen Stoff überzogenen und parallel geführten Zangenbacken durch Druck nach außen gespreizt werden und dadurch die Spule von innen fassen.

Eine gelochte Spinnspule, die aus Zelluloid, Cellon od. dgl. besteht und für die Farbzuleitung zugänglich eingerichtet sein kann, betrifft das D.R.Gebr.M. 910 065 vom 14. IV. 1925 der Niedersächsischen Zelluloidwarenfabrik J. Schuster, Hannover-Kirchrode.

Haspel und Haspelantrieb.

Nach Dinger.

1083. F. A. Dinger, Berlin-Wilmersdorf. Haspel zur nachgiebigen oder streckenden Behandlung von Fäden, insbesondere Kunstfäden.

D.R.P. 253 371 Kl. 29a vom 22. IV. 1911 (gelöscht).

Fig. 548 zeigt die Längensicht der Vorrichtung und Fig. 549 den Querschnitt durch sie. An den in bekannter Weise angeordneten Faden-

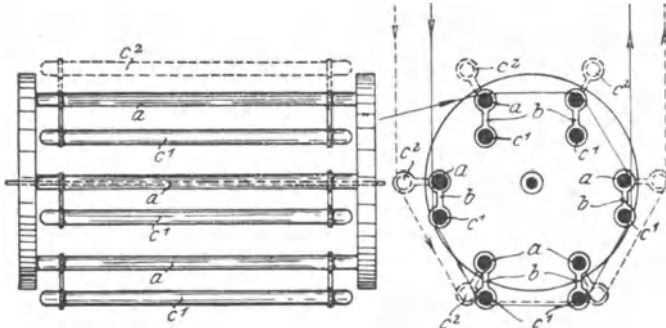


Fig. 548.

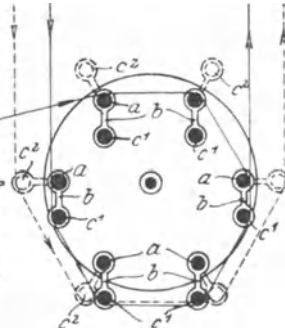


Fig. 549.

trägern a hängen parallel dazu und lose pendelnd in geeigneten Ringösen b die Fadenträger c^1 . In Ruhe und bei mäßiger Drehung des Haspels nehmen die Pendelträger die Lagen c^1 , bei schnellerer Drehung etwa die Lagen c^2 ein. Aus diesen Darstellungen geht ohne weiteres hervor, daß der Umfang des Haspels mit solcher Einrichtung ohne Umstände nachgiebig bleibt und dadurch, daß der lose um eine Längsachse drehbar gelagerte Pendelträger beim Auftreffen auf den Faden sich nachgiebig in der Richtung des Fadenabzuges mitdreht. Nachdem er vorher den Faden immer an neuen Stellen leicht klopfend angeschlagen hat, entstehen außerordentlich günstige Vorgänge für die Behandlung feinsten Fäden.

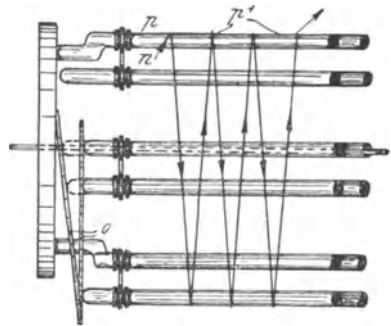


Fig. 550.

Auf diese Weise wird es möglich, Fäden, wie z. B. künstliche Seidenfäden, während ihrer Herstellung mit sehr hoher Abzugsgeschwindigkeit zu behandeln. Ferner wurde der Erfindungsgedanke mit Vorteil angewendet zur ununterbrochenen Fadenförderung in axialer Richtung von der Aufgabe- nach der Abzugstelle. Diese für die Kunstfadentechnik vorteilhafte Wirkung wird gegenüber dem Bekannten, z. B. Patent 236 584 Kl. 76d¹⁾, in einfacher Weise ermöglicht, wenn, wie Fig. 550 zeigt, unterhalb der Ablaufstelle des Fadens ein Kurvenstück o

¹⁾ Siehe S. 859.

dafür sorgt, daß die Pendelträger, sobald und solange sie aus der Richtung der festen Fadenträger heraustreten, während ihres Unterlaufes in einer Kurve zur axialen Richtung abgedrängt werden. Auf diese Weise wird der in n auflaufende Faden nach einer reichlich halben Haspelumdrehung auf dem Haspel die Lage p einnehmen und von p aus fortlaufend in gewindeartigen Umwicklungen p^1 die Einrichtung umlaufen, bis er nach vollendeter Behandlung abfällt oder zum Abzug kommt. Obwohl schon die glatten Flächen der Pendelträger den vorbeschriebenen Fadenverlegungsvorgang ermöglichen, können gewünschtenfalls an Stelle glatter Pendelträger solche mit Gewindeeinschnitten oder Zahnungen angewandt werden. Die Vorrichtung kann auch dazu dienen, das jetzt von Hand erfolgte sog. Klopfen der Kunstfadensträhne, wenn sie aus Bädern kommen oder getrocknet werden, vorzunehmen.

Patentansprüche: 1. Haspel zur nachgiebigen oder streckenden Behandlung von Fäden, insbesondere Kunstfäden, dadurch gekennzeichnet, daß an den üblichen Fadenträgern (Haspelstäbe a) Fadenträger (c^1) pendelnd angeordnet sind.

2. Haspel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die pendelnden Fadenträger mit den üblichen Fadenträgern aus einem Stück bestehen.

3. Haspel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zum Zwecke axialer Fadenverlegung die Pendelträger während ihres Unterlaufes in kraftschlüssige Berührung mit einem Kurvenstück gebracht sind und so aus ihrer gewöhnlichen Stellung abgelenkt werden.

Nach Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize.

1084. Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize. Haspel-einrichtung für künstliche Seide.

Franz. P. 370 717; brit. P. 3025¹⁹⁰⁶.

Von Haspeln der gebräuchlichen Art wird die Seide ohne Benutzung von Spulen auf Haspeln aufgewickelt, die mit einem Tourenzähler versehen sind und nach Aufwickeln einer bestimmten Fadenlänge selbsttätig angehalten werden. (2 Zeichnungen.)

Nach Weertz.

1085. M. Weertz, Bradford. Verbesserung an Apparaten zur Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 10 211¹⁹¹⁰.

Die gesponnenen Fäden werden direkt auf Haspel gebracht, die an den Stellen, mit denen die Seide in Berührung kommt, aus Aluminium oder Nickel oder aus mit Nickel überzogenem Metall bestehen. Auf diesen Haspeln wird die Seide gewaschen, getrocknet und danach direkt von den Haspeln gezwirnt. (2 Zeichnungen.)

Nach Güdelhöfer.

1086. F. Güdelhöfer, Barmen. Haspel zum Naßbehandeln von künstlicher Seide.

D.R.P. 323 457 Kl. 76d vom 8. VIII. 1919 (gelöscht).

Die bei der Kunstseidefabrikation im Säure- oder Fällungsbadelaufenden Haspel, auf welche die Fäden in Strähnform aufgewunden werden, haben den Nachteil, daß, wenn der Haspel aus dem Bade herausgenommen wird, das Fitzen der Strähne und ihr endgültiges Abnehmen eine mühevolle und zeitraubende Arbeit bildet, eine Arbeit,

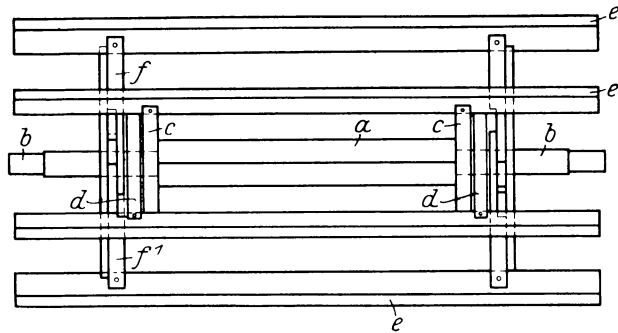


Fig. 551.

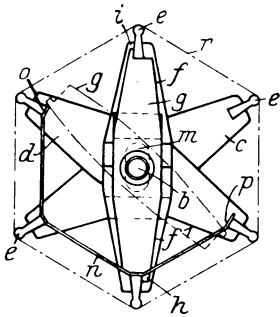


Fig. 552.

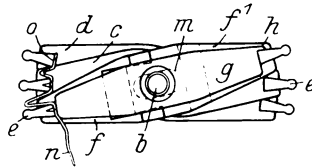


Fig. 553.

die bisher durch keinerlei Maßnahme sich hat beseitigen lassen. Diesen Umstand zu beseitigen, ist Zweck der Erfindung, durch welche ein Haspel geschaffen ist, der eine Einrichtung aufweist, mittels welcher eine Entspannung des Haspels eintreten kann, die es ermöglicht, das Fitzen des Strähns leicht und bequem vorzunehmen, und die endlich auch ein Zusammenfallen des Haspels gestattet, wodurch man in der Lage ist, sofort den Strähn oder die Strähne zu entfernen. Dadurch wird der betreffende Arbeitsvorgang in der Kunstseidefabrikation ganz wesentlich erleichtert und die Fabrikation selbst im hohen Maße gefördert.

Fig. 551–553 zeigen den neuen Haspel, und zwar in Fig. 551 in Draufsicht, in Fig. 552 in Seitenansicht und in Fig. 553 zusammengefaltet. Es ist *a* die zweckmäßig im wesentlichen vierkantige Achse des

gänzlich aus Holz bestehenden Haspels, die an den Enden zu den Zapfen *b* geformt und auf dem verdickten Teil die teils festen, teils beweglichen Arme *c*, *d* trägt. Weitere bewegliche Arme *f* sind ebenfalls neben den Armen *d* auf die Achsenenden aufgesetzt. Sämtliche Armpaare sind durch Leisten *e* aus härterem Holz miteinander verbunden. Während nun die Armpaare *c*, *d* einheitlich, d. h. aus einem Stück, hergestellt sind, bestehen die Arme *f* aus zwei Teilen, die sich in der Mitte überlappen, mit einem Schlitz *m* über die Achse greifen und aneinander somit verschiebbar gehalten sind. Auf dem Arm *f* ruht gegen seitliche Verschiebung gesichert eine Riegelplatte *g*, die zwischen die Leisten *e* greift und die Arme *f*, *f*¹ in ihrer normalen Länge feststellt. Nasen *h*, die sich seitlich gegen die Leisten *e* anlegen und durch Riegel *i* in dieser Lage gehalten sind, sichern die normale Stellung und Lage der Haspelarme *f*. Im Bade werden auf dem Haspel die Fäden in bekannter Weise zu einer Anzahl Strähne aufgewunden. Wird der Haspel nunmehr aus dem Bade herausgenommen, so kann man die Strähne sofort dadurch entspannen, daß man die Platte *g* von den Riegeln *i* befreit und sie in die strichpunktiierte Lage Fig. 552 dreht, die Arme *f*, *f*¹ gehen unter Spannung sofort zusammen, die Strähne sind locker und können nun bequem gefitzt werden. Löst man nun endlich ein an sich bekanntes, bei *o* festgemachtes und bei *p* angeknüpfttes Band *n*, so kann man den Haspel vollkommen zusammenfalten, wie dieses aus Fig. 553 ersichtlich ist, und mit der allergrößten Bequemlichkeit die Strähne ohne weiteres abstreifen.

Patentanspruch: Haspel zum Naßbehandeln von künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß nur ein Armpaar fest auf der Achse sitzt, die andern dagegen lose, und das äußerste Armpaar (*f*, *f*¹) in seiner Länge verstellbar und in seiner Lage durch eine Riegelvorrichtung (*g*) gesichert ist, und daß die Arme in an sich bekannter Weise durch ein Band in gespreizter Lage gehalten werden.

Nach Lauffs.

1087. Dr. A. Lauffs, Düsseldorf. Haspel für Kunstseide.

D.R.P. 358 977 Kl. 29a vom 2. IX. 1920.

Eine zweckmäßige Bauart des Haspels für Kunstseide ist diejenige, wobei der Haspel einerseits mit einer unverstellbaren Gruppe von Latten versehen ist, welche von an der Haspelwelle starr befestigten Plattenpaaren getragen werden, andererseits eine verstellbare Gruppe von Latten besitzt, deren Tragplattenpaar mittels die Haspelwelle umschließender Schlitze radial verschiebbar ist. Bisher erfolgt diese Feststellung mit Hilfe von Keilen, welche die verschiebbaren Platten an den festen Teilen des Haspels festklemmen. Um die Platten mit den daran angeordneten Latten behufs Abnahme der Ware nach einwärts schieben zu können, müssen die Keile jedesmal gelöst werden, was nur dadurch möglich ist, daß die Keile durch Hammerschläge herausgetrieben werden. Die damit verbundenen Erschütterungen sind aber für Kunstseide, welche bekanntlich im nassen Zustand eine sehr geringe

Festigkeit besitzt, überaus schädlich. Auch kommt es häufig vor, daß die auf dem Haspel befindliche Ware durch den Hammer oder durch den herausfliegenden Keil beschädigt wird.

Diese Mängel sollen durch die Erfindung beseitigt werden. Sie besteht im wesentlichen darin, daß die Feststellung des die verstellbaren Latten tragenden Plattenpaares durch zwei Exzenter oder Daumen erfolgt, welche an der Haspelwelle um zu dieser senkrechte Achsen drehbar gelagert sind und die Platten des verstellbaren Lattenpaares zwischen sich und den Platten der feststehenden Lattengruppen einklemmen. Die Drehung der Exzenter oder Daumen sowohl in der Anzugsrichtung als auch im Sinne der Lösung der Klemmwirkung kann mit Hilfe an den Exzentern zweckmäßig abnehmbar angeordneter Handgriffe oder Hebel mit geringer Mühe von Hand erfolgen, so daß starke Erschütterungen des Haspels nicht auftreten. Die Exzenter bleiben auch im gelösten Zustand an ihrem Platz, so daß sie eine Beschädigung der Ware nicht hervorrufen können. Ferner brauchen beim Lösen der Exzenter Hämmer oder andere Werkzeuge, mit welchen die Ware beschädigt werden kann, nicht angewendet zu werden. Dabei ist die neue Feststellvorrichtung aber von großer Einfachheit, und Störungen durch das Quellen des Holzes sind ausgeschlossen, da die Exzenter oder Daumen unbeschadet ihrer Klemmwirkung auf ihren Drehachsen ein ausreichendes Spiel besitzen können.

In den Fig. 554 und 555 ist der Haspel in zwei Endansichten dargestellt, wobei die verstellbare Lattengruppe sich in Fig. 554 in ihrer äußeren und in Fig. 555 in ihrer inneren Endstellung befindet. Fig. 556 ist ein Schnitt nach der Linie *A-A* der Fig. 554 und Fig. 557 ein Schnitt nach der Linie *B-B* der Fig. 555. Dabei ist in diesen beiden Figuren der Einfachheit wegen nur das eine Ende des Haspels dargestellt. Fig. 558 zeigt eine Oberansicht zu Fig. 556 und Fig. 559 eine Unteransicht zu Fig. 557. Der Haspel besteht aus der Haspelwelle *a* und beispielsweise sechs mit der Welle *a* parallel liegenden Latten *1* bis *6*. Die beiden gegenüberliegenden Latten *1* und *4* sitzen an einer Platte *b*, die beiden Latten *2* und *3* an einer Platte *c*. Die Platten *b* und *c* sind mittels darin vorgesehener Vierkantlöcher auf dem vierkantigen Teil der Welle *a* unbeweglich befestigt, wodurch die Latten *1* bis *4* in ihrer Lage unveränderlich sind. Dagegen bilden die Latten *5* und *6* eine verstellbare Lattengruppe. Sie sitzen an einer Platte *d*, welche einerseits an der Platte *c*, andererseits mittels eines den Vierkantteil der Welle *a* umfassenden Längsschnittes *f* an der Welle *a* senkrecht zu dieser verschiebbar geführt ist. Die Platte *d* mit den Latten *5* und *6* ist dadurch innerhalb der durch die Länge des Schlitzes *f* gegebenen Grenzen radial verschiebbar, um den Durchmesser des Haspels beim Abnehmen der Ware verändern zu können. Außerhalb der Platten *b*, *c*, *d* ist in einer die Welle *a* rechtwinklig durchquerenden Bohrung ein Bolzen *g* befestigt, welcher die Drehachse für einen Exzenter *h* bildet, der zur Verriegelung der Platte *d* in ihrer äußeren Endstellung dient. Der Exzenter ist durch eine auf den Bolzen *g* aufgeschraubte Mutter gegen axiale Verschiebung gesichert, jedoch um den Bolzen drehbar. Der

Exzenter enthält eine radiale Bohrung zur Aufnahme des Befestigungsschafts eines Handgriffs oder Hebels *i*, mit dessen Hilfe der Exzenter gedreht wird.

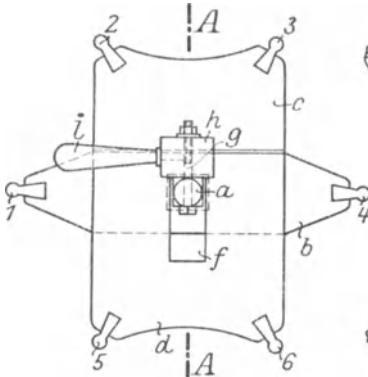


Fig. 554.

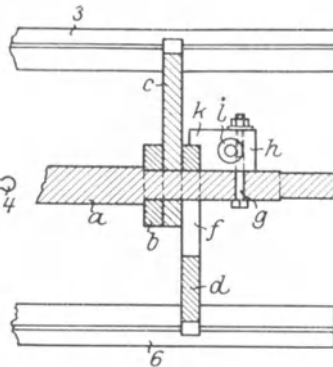


Fig. 556.

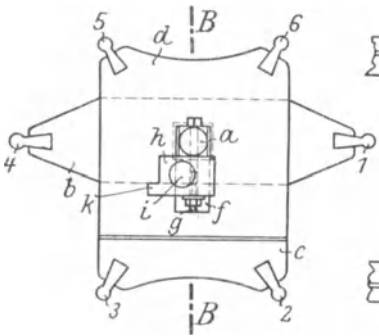


Fig. 555.

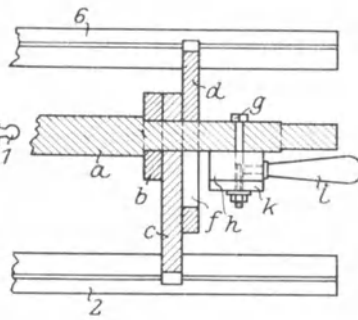


Fig. 557.

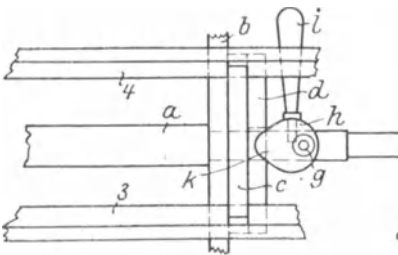


Fig. 558.

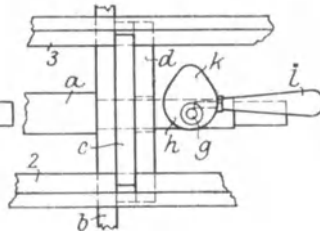


Fig. 559.

Am anderen, nicht gezeichneten Ende des Haspels ist die gleiche Einrichtung getroffen. Auch dort sind einerseits die festen Platten *b*, *c*, andererseits die verschiebbare Platte *d* und ein Exzenter *h* vorhanden. Die beiden die verstellbaren Latten *5*, *6* tragenden Platten *d*, *d* befinden sich für gewöhnlich mit Bezug auf die Haspelwelle *a* in der in Fig. 554

und 556 gezeichneten äußeren Endstellung. Sie werden darin durch die beiden Exzenter h, h gesichert, indem jeder Exzenter eine Platte d zwischen sich und der benachbarten Platte c einklemmt. Soll die Ware vom Haspel genommen werden, so werden die beiden Exzenter h, h mittels des Handgriffs i soweit gedreht, daß die Klemmwirkung aufgehoben ist. Die Platten d, d können dann radial nach einwärts geschoben werden, um den Durchmesser des Haspels zu verringern. Zweckmäßig stellt man den Haspel hierbei so ein, daß die Platten d, d nach oben gerichtet sind, so daß sie nach Lösung der Exzenter h, h mit den Latten $5, 6$ in ihre innere Endstellung herabsinken und durch ihr Eigengewicht darin gehalten werden. Soll nach Abnahme der Ware der Haspel wieder in den Gebrauchszustand gebracht werden, so verschiebt man die Platten d, d mit den Latten $5, 6$ in ihre äußere Endstellung und sichert sie darin durch entsprechende Drehung der Exzenter h, h . Hierbei stellt man den Haspel vorteilhaft so ein, daß die Platten d, d nach unten gerichtet sind, so daß sie sich durch ihr Eigengewicht in die äußere Endstellung senken und darin bis zur Festklemmung durch die Exzenter gehalten werden, wodurch ein Festhalten mit der Hand nicht erforderlich ist. Zur Erhöhung der Sicherheit ist zweckmäßig an jedem Exzenter h ein Flansch k angeordnet, welcher in der Sperrstellung über das Stirnende der zugehörigen Platte g greift. Er braucht sich, wie dargestellt, nur über den die Klemmwirkung ausübenden Teil des Exzenters zu erstrecken. Die Flansche k, k können an ihrer Innenseite in der Umfangsrichtung keilförmig ansteigen, wodurch erreicht wird, daß die Platten d, d auch noch zwischen den Flanschen und der Haspelwelle festgeklemmt werden, indem die Flansche auf die Stirnenden der Platten d, d drücken, welche sich je mit der Endkante ihrer Schlitze f, f gegen die Haspelwelle a stützen. Gegebenenfalls kann die Festklemmung der Platten d, d auch ausschließlich durch die keilförmigen Flansche k, k erfolgen. Das Gewicht der Exzenter kann durch entsprechende Beschwerung der Platten c, c auf der den Exzentern gegenüberliegenden Seite der Welle a ausgeglichen werden. Die Handgriffe oder Hebel i, i sind an den Exzentern lösbar befestigt und werden nur bei der Drehung der letzteren in die radialen Bohrungen der Exzenter eingesetzt, dagegen beim Gebrauch des Haspels sowie gegebenenfalls auch beim Abziehen der Ware entfernt. Ein besonderer Gewichtsausgleich für die Handgriffe oder Hebel i, i ist also nicht erforderlich. Andererseits kann ein und derselbe Handgriff zur Drehung beider Exzenter verwendet werden, so daß für jeden Haspel oder auch für mehrere Haspel nur ein Handgriff notwendig ist.

Patentansprüche: 1. Haspel für Kunstseide mit einer Gruppe von unverstellbaren Latten, deren Tragplattenpaare an der Haspelwelle starr befestigt sind, und einer Gruppe von verstellbaren Latten, deren Tragplattenpaar mittels die Haspelwelle umschließender Schlitze radial verschiebbar ist, dadurch gekennzeichnet, daß die Feststellung des die verstellbare Lattengruppe ($5, 6$) tragenden Plattenpaares (d, d) in seiner äußeren Endstellung durch zwei mit abnehmbaren Handgriffen (i, i) versehene Exzenter oder Daumen (h, h) erfolgt, welche an

der Haspelwelle (a) um zur letzteren senkrechte Achsen (g, g) drehbar gelagert sind und die verschiebbaren Platten (d, d) zwischen sich und den festen Platten (z. B. c, c) einklemmen.

2. Haspel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Exzenter oder Daumen (h, h) über die Stirnkanten der verschiebbaren Platten (d, d) greifende Flansche (k, k) besitzen, deren Innenflächen in der Umfangsrichtung keilförmig ansteigen.

Nach Bemberg.

1088. J. P. Bemberg A.-G., Barmen-Rittershausen. Antriebsvorrichtung für Haspel an Kunstfädenspinmmaschinen.

D.R.P. 368 590 Kl. 29a vom 31. III. 1922.

Den Gegenstand der Erfindung bildet eine Antriebsvorrichtung für Haspel u. dgl. an Spinnmaschinen für Kunstfäden. Die bekannten für den Antrieb von Haspeln benutzten Kupplungen, welche ein Ein- und Ausschalten während des Betriebs ermöglichen, sind in verhältnismäßig kurzer Zeit durch mechanische Beanspruchungen und die chemische Einwirkung der Fällflüssigkeit derart abgenützt, daß der Haspel nur noch ruckweise oder unter starkem Schlagen mitgenommen wird. Ein weiterer Nachteil der bekannten Antriebsvorrichtungen besteht darin, daß der Haspel beim Auftreten eines Widerstandes auch bei Benutzung von federnden Reibscheiben ohne Ausrücken der Kupplungen von Hand nicht stillgesetzt werden kann. Infolgedessen wird der Haspel durch Bruch der Latten, Achsen usw. unbrauchbar. Durch den Gegenstand der Erfindung sollen diese Mängel beseitigt werden. Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß das treibende Rad oberhalb des Teilkreises abgeschnittene Zähne besitzt, während das Haspelzahnrad normale Zähne besitzt. Der Haspel sitzt in offenen Lagern. Dadurch wird erreicht, daß bei Eintreten eines Hindernisses das Haspelzahnrad aus den Zahnluken des Triebrades hinausgedrückt wird und infolgedessen nicht mehr mitgenommen wird. Außerdem kann durch Umliegen einer Schutzhaube der Haspel ein- und ausgeschaltet werden.

Auf der Zeichnung ist eine Ausführungsform der Antriebsvorrichtung dargestellt, und zwar zeigt Fig. 560 die Arbeitsstellung, Fig. 561 die Ruhestellung, Fig. 562 eine Seitenansicht, Schnitt $A-B$ der Fig. 560, Fig. 563 und 564 in vergrößertem Maßstabe die Zahnräder in Arbeitsstellung und in ausgeschaltetem Zustand. Die Haspelwelle l ist in dem offenen Lager b und in dem offenen Schwenklager c gelagert. Der Antrieb erfolgt von dem auf der Welle d sitzenden Zahnrad e , welches mit dem Zahnrad m der Haspelwelle l kämmt. Eine drehbare Schutzhaube h ist mit dem im Lager f gelagerten Exzenterbolzen g starr verbunden. Letzterer sitzt an der Hubscheibe i . Das schwenkbare Haspel-lager c trägt an seinem anderen Ende eine Kulisse, in welcher ein Bolzen k gleitet. Wird die Haube h in Pfeilrichtung (Fig. 560) herumgedreht, so wird das Lager c durch die Hubscheibe i gehoben und bei Drehung in Pfeilrichtung (Fig. 561) gesenkt. Die Schutzhaube h ist mit dem Exzenterbolzen g so verbunden, daß erst bei vollständig verdecktem Zu-

stand das Lager *c* in seine tiefste Stellung kommt, so daß erst dann das Zahnrad *m* mit dem Zahnrad *e* in Eingriff kommt. Durch eine Stell-
schraube *n* wird diese Lage festgestellt. Die Zahnform des Triebzahn-
rades *e* ist vom Fußkreis *o* bis zum Teilkreis *p* normal, dagegen sind die
Zähne dicht über dem Teilkreis abgeschnitten (Fig. 563 und 564). Dies

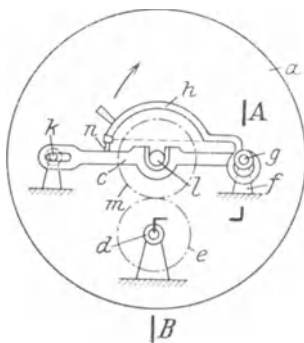


Fig. 560.

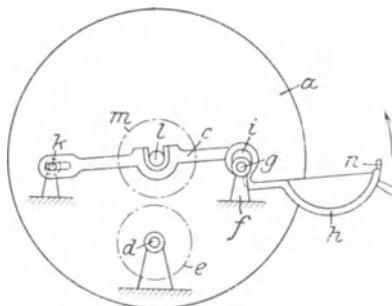


Fig. 561.

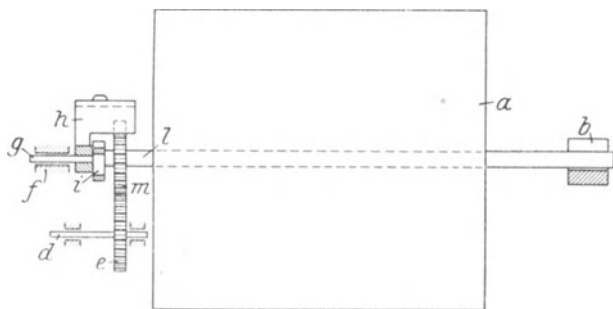


Fig. 562.

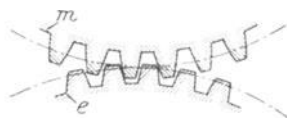


Fig. 563.

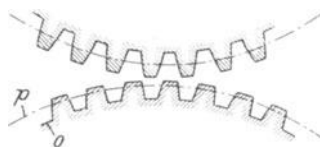


Fig. 564.

hat zur Folge, daß das mit normalen Zähnen versehene Haspelrad *m*
bei einem auftretenden Widerstand aus den Zahnluken des Rades *e*
selbsttätig herausgedrückt und von ihm nicht mehr mitgenommen wird.

Patentansprüche: 1. Antriebsvorrichtung für Haspel an Kunst-
fäden-Spinnmaschinen dadurch gekennzeichnet, daß der durch Zahn-
räder angetriebene Haspel in offenen Lagern sitzt und das Treibrad
vom Fußkreis bis zum Teilkreis normale Zahnform hat, dagegen die
Zähne dicht über dem Teilkreis abgeschnitten sind, so daß das mit nor-
malen Zähnen versehene getriebene Zahnrad bei auftretenden Hinder-
nissen selbsttätig ausgeschaltet wird.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das eine offene Lager (*c*) als Schwenklager ausgebildet, das einerseits gleitend auf einem Bolzen (*k*) gelagert ist, andererseits mit einer Hubscheibe (*i*) verbunden ist, die durch Bolzen (*g*) mit der drehbaren Schutzhaube (*h*) in Verbindung steht, durch deren Drehung das auf der Haspelwelle (*l*) sitzende, getriebene Zahnrad (*m*) in und außer Eingriff mit dem Triebzahnrad (*e*) zu bringen ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Eingriff des getriebenen Zahnrades (*m*) mit dem Triebzahnrad (*e*) erst bei vollständiger Umlegung der Haube erfolgt.

4. Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzhaube (*h*) mit einer Stellschraube (*n*) ausgerüstet ist, welche sich in der Betriebsstellung auf das Schwenklager (*c*) auflegt.

Nach Società Italiana Lavorazioni Meccaniche.

1089. Società Italiana Lavorazioni Meccaniche, Turin. Haspel zum Aufspulen von Garn.

D.R.P. 371 520 Kl. 76d vom 25. V. 1922 (Prior. Italien 9. VI. 1921).

Der Durchmesser des Haspels ist durch eine radial verschiebbare Tragstange veränderbar. Diese Tragstange ist an Schienen der Haspelwelle angelenkt, die ein seitliches Verschieben der Tragstange in ihrer Längsrichtung beim Verstellen der Garntragfläche ermöglichen. Eine dieser Schienen ist verschiebbar, steht unter Federwirkung und kann nacheinander in 2 verschiedenen Anschlagstellungen festgehalten werden. Hantieren mit den Strähnen und Reiben an der Stange werden dadurch vermieden. (3 Zeichnungen).

Nach Hoelkenseide G. m. b. H.

1090. Hoelkenseide G. m. b. H., Barmen-Rittershausen. Antriebsvorrichtung für die Haspel von Kunstseidenspinnmaschinen.

D.R.P. 399 210 Kl. 76d vom 18. XI. 1923.

Die den Erfindungsgegenstand bildende ausdrückbare Antriebsvorrichtung für die Haspel von Kunstseidenspinnmaschinen unterscheidet sich von bekannten Vorrichtungen in der Hauptsache dadurch, daß der Haspelantrieb durch eine ortsfest gelagerte Reibscheibe und eine auf der Haspelwelle sitzende Reibscheibe bewirkt wird, welche durch das Eigengewicht des Haspels mit ihren doppelt keilförmigen Reibflächen im gegenseitigen Eingriff gehalten werden. Durch die Vorrichtung ist einerseits ein ruhiger, durchaus stoßfreier Antrieb des Haspels erreicht; vor allen Dingen ist der bei den bekannten Vorrichtungen auftretende Übelstand, daß der unausgeglichene Haspel infolge des unvermeidlichen Spiels in der Kupplung schlägt, vermieden, und es bleibt trotz Verschleißes durch Einwirkung der Säure ein dauernd ruhiger Gang erhalten. Andererseits können die Reibscheiben aufeinander gleiten, wenn der Arbeiter bei umlaufendem Haspel mit der Hand zwischen die Stangen oder Latten des Haspels gerät, oder wenn die Drehung des

Haspels auf andere ernstliche Widerstände stößt. Durch den gegenseitigen Eingriff der keilförmigen Reibflächen der beiden Scheiben wird ferner der Haspel gegen Axialverschiebung gesichert. Die Vorrichtung ist von einfachster Bauart, und endlich kann das Aus- und Einrücken des Antriebs einfach und schnell geschehen, da zum Ausrücken des Antriebs lediglich das die Reibscheibe tragende Ende der Haspelwelle in seinem nach oben

offenen Lager angehoben zu werden braucht, während zum Wiedereinrücken nur ein erneutes Senken der Haspelwelle notwendig ist. Um das Aus- und Einrücken des Antriebs von Hand zu erleichtern, ist an dem den Reibscheiben benachbarten Lager der Haspelwelle ein Handhebel gelagert, der mit einem Hubnocken unter das Wellenende greift, so daß letzteres durch einfaches Drehen des Handhebels angehoben und somit die auf dem Wellenende sitzende Reibscheibe außer Eingriff mit der ortsfest gelagerten Reibscheibe gebracht werden kann. Am Wellenlager ist dabei vorteilhaft ein unter Federwirkung stehender Sperrstift geführt, der den Handhebel bei ausgerücktem Antrieb in seiner Lage sperrt und dadurch ein unbeabsichtigtes Wiedereinrücken durch Loslassen des Hebels verhindert.

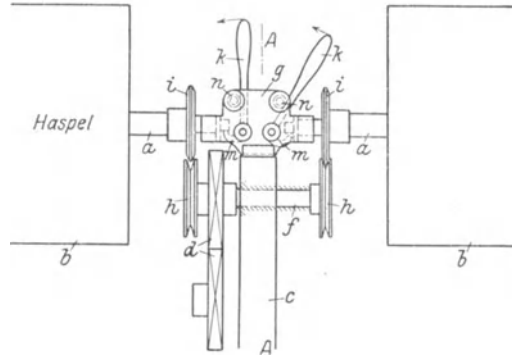


Fig. 565.

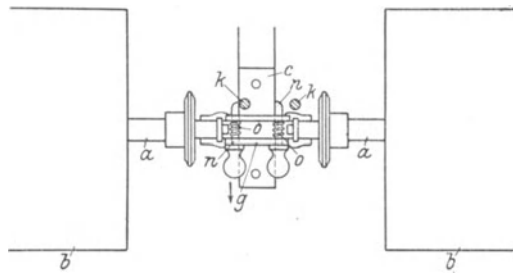


Fig. 566.

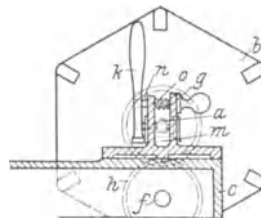


Fig. 567.

Die Zeichnung zeigt eine Antriebsvorrichtung für zwei benachbarte Haspel in Fig. 565 in Vorderansicht und in Fig. 566 in Ansicht von oben. Fig. 567 ist ein Querschnitt nach der Linie A-A der Fig. 565. *a, a* sind die Wellen zweier benachbarter, gleichachsig angeordneter Haspel *b, b*, welche von einer im Lagerständer *c* gelagerten, durch die Zahnräder *d, d* getriebenen Vorgelegewelle *f* aus angetrieben werden. Die einander

zugekehrten Enden der Wellen a, a sind in dem vom Ständer c getragenen Lager g nur seitlich geführt, während sie in senkrechter Richtung bewegt werden können. Die Vorgelegewelle f trägt an jedem Ende eine Reibscheibe h, h , welche an ihrer Stirnfläche ausgekehlt ist. Auf den Enden der beiden Haspelwellen a, a sitzt dagegen je eine Reibscheibe i, i , deren Kranz keilförmig profiliert ist. Die Reibscheiben i, i werden gewöhnlich durch das Eigengewicht der zugehörigen Haspel im Eingriff mit den auf der ortsfesten Vorgelegewelle f sitzenden Scheiben h, h gehalten. Das Ausrücken des Antriebes geschieht durch Anheben der die Scheiben i, i tragenden Wellenenden. Zu diesem Zweck sind am Lager g für die Haspelwellen a, a zwei Handhebel k, k gelagert, deren Wellen je einen Hubnocken m, m tragen. Diese Hubnocken greifen unter die äußeren Enden der beiden Haspelwellen a, a , so daß jede Welle durch Drehung des zugehörigen Handhebels k leicht und schnell angehoben werden kann. Um die Haspelwellen im ausgerückten Zustand zu sichern, sind im Lager g zwei je mit einem der beiden Handhebel zusammenwirkende Sperrstifte n, n geführt. Diese an einem Ende mit einer Handhabe versehenen Stifte stehen derart unter dem Einfluß von Druckfedern o, o , daß ihre anderen, einseitig keilförmig abgeschragten Enden in den Bewegungsbereich der Handhebel k, k eintreten. Wird einer der Handhebel im Sinne des Anhebens der zugehörigen Haspelwelle gedreht, so wird der Sperrstift n zunächst entgegen seiner Feder o zurückgedrückt, schnell dann aber sofort wieder vor und legt sich vor den Handhebel, diesen gegen Zurückdrehung sperrend (vgl. Fig. 565 links). Um den Antrieb wieder einzurücken, wird der Sperrstift n soweit zurückgezogen, daß er den Handhebel freigibt, worauf die Haspelwelle a mit der Reibscheibe i sich unter Drehung des Handhebels k wieder auf die Reibscheibe h senkt (vgl. Fig. 565 rechts).

Patentanprüche: 1. Antriebsvorrichtung für die Haspel von Kunstseidenspinnmaschinen, dadurch gekennzeichnet, daß der Haspelantrieb durch eine ortsfest gelagerte Reibscheibe mit doppelt keilförmiger Umfangsnut erfolgt, in die der entsprechend keilförmig gestaltete Rand der durch Eigengewicht aufruhenden Antriebsreibscheibe (i) der Haspelwelle (a) eingreift.

2. Antriebsvorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an dem den Reibscheiben (i) benachbarten Lager (g) für die Haspelwelle (a) ein Handhebel mit einem unter das Ende der Haspelwelle greifenden Hubnocken (m) gelagert ist.

3. Antriebsvorrichtung nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß am Lager (g) für die Haspelwelle (a) ein unter Federwirkung stehender, mit dem Handhebel zusammenwirkender Sperrstift (n) derart angeordnet ist, daß er den Handhebel (k) bei angehobener Haspelwelle in seiner Lage selbsttätig feststellt.

Einen Haspel für Kunstseidenspinnmaschinen, dessen Leisten einen Überzug aus Zelluloid, Cellon od. dgl. haben, betrifft das D. R. Gbr.M. 910 064 vom 14. IV. 1925 der Niedersächsischen Zelluloidwarenfabrik J. Schuster, Hannover-Kirchrode.

1091. Hoelkenseide G. m. b. H., Barmen-Rittershausen. Fitzkamm für Kunstseide.

D.R.P. 400 932 Kl. 29a vom 18. XI. 1923.

Die Erfindung bezieht sich auf einen Fitzkamm für Kunstseide, d. h. auf eine kammähnliche Vorrichtung, welche dazu dient, die auf dem Haspel befindliche nasse Kunstseide behufs Bündelns in Strähne zu zerteilen. Das Neue besteht darin, daß die Zinken im Kammrücken auswechselbar und je für sich nachstellbar gehalten sind. Dadurch ist die Möglichkeit gegeben, die Zinken im Bedarfsfalle, d. h. wenn ihre Spitzen durch rauhe Behandlung abgebrochen oder sonstwie beschädigt und stumpf geworden sind, anzuschärfen oder nachzuschleifen und die durch das Nachschleifen eingetretene Verkürzung der Zinken durch entsprechende Einstellung im Kamm genau auszugleichen. Die Zinken können somit mit geringer Mühe immer scharf gehalten werden, wodurch der Kamm eine lange Lebensdauer besitzt.

Fig. 568 zeigt eine Vorderansicht des neuen Fitzkammes, Fig. 569 einen Längsschnitt nach der Linie A-A und Fig. 570 einen Längsschnitt nach der Linie B-B der Fig. 568. *a* ist der mit dem Kammrücken *b* ein Stück bildende hölzerne Handgriff, *c* sind die drei Zinken des Kammes, welche beispielsweise aus säurefestem Stahl bestehen. Die Zinken sind im Kammrücken *b* auswechselbar und je für sich nachstellbar gehalten, zu welchem Zwecke der mit Längsbohrungen zur Aufnahme der rückwärtigen Enden der Zinken versehene Kammrücken in der Mittelebene der Bohrungen geteilt ist.

Die beiden Teile *b*, *b'* sind durch zwei Schrauben miteinander verbunden, so daß die Zinken durch Anziehen der Schrauben zwischen den beiden Hälften des Kammrückens in jeder Stellung festgeklemmt werden können. Die Schrauben, welche im Beispiel als Holzschrauben ausgebildet sind, besitzen versenkte Köpfe, die zum Schutz gegen die Säure mit einem geeigneten Kitt bedeckt sein können. Anstelle von Holzschrauben können gegebenenfalls auch Mutterschrauben zur Verbindung der beiden Hälften des Kammrückens angeordnet sein, die erforderlichenfalls aus säurefestem Werkstoff bestehen können.

Patentanprüche: 1. Fitzkamm für Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß die Zinken im Kammrücken auswechselbar und je für sich nachstellbar gehalten sind.

2. Fitzkamm nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der mit Bohrungen zur Aufnahme der rückwärtigen Zinkenenden versehene Kammrücken in der Mittelebene der Bohrungen geteilt ist und seine beiden Hälften durch Schrauben lösbar miteinander verbunden sind.

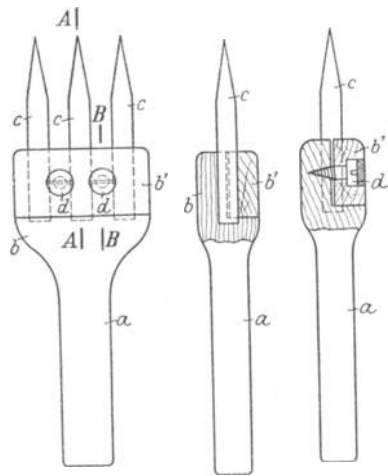


Fig. 568. Fig. 569. Fig. 570.

Waschen und Trocknen von Kunstfäden, Entfernung der Knötchen.

Nach Friedrich.

1092. E. W. Friedrich, Brüssel. Verfahren zum Waschen und Trocknen von Kunstfäden auf den Spulen.

D.R.P. 178 410 Kl. 29a vom 16. VI. 1905 (gelöscht); franz. P. 366 793; brit. P. 12 842¹⁹⁰⁶; österr. P. 31 802.

Naturgemäß müssen die künstlichen Fäden, die sich z. B. bilden, wenn man eine Zelluloselösung durch feine Öffnungen in eine Erstarungsflüssigkeit austreten läßt, aus dieser durch Spulen aufgewunden werden. Da nun aber die Kunstfäden in diesem Zustande eine äußerst geringe Festigkeit haben, so ist es selbstverständlich, daß man das Fadenmaterial in diesem aufgewundenen Zustande zu waschen und zu trocknen versuchte. Dies bot nun bisher die größten Schwierigkeiten, denn erstens müssen die im Kunstfaden noch enthaltenen Chemikalien auf das sorgfältigste entfernt werden, wenn man den Bestand eines Fadengebildes durch das nachfolgende Trocknen nicht überhaupt in Frage stellen will, und zweitens bieten die ziemlich engen Lagen der Fäden auf den Spulen dem Eindringen der Waschflüssigkeit großen Widerstand. Diese Schwierigkeiten hat man wohl bis jetzt dadurch zu überwinden versucht, daß man das Waschwasser in Form eines Regens auf die mit dem Fadenmaterial versehenen Spulen auffallen ließ.

Gegenstand vorliegender Erfindung ist nun ein Verfahren, bei dem die angeführten Schwierigkeiten als überhaupt nicht vorhanden zu betrachten sind, und mittels dessen man ein einwandfreies Fadenmaterial erhält. Das Verfahren beruht darauf, daß man die Spulen während des Waschens in Umdrehung versetzt, und zwar derart, daß die Waschflüssigkeit durch das ganze Fadengut hindurch gleichmäßig verteilt wird und Zeit hat, auch in die tieferen Lagen einzudringen. Zu diesem Zwecke werden die Spulen um ihre im wesentlichen wagrecht gelegte Achse in langsame Umdrehung versetzt. Hierbei läßt man die Spulen nur teilweise, beispielsweise etwa zur Hälfte, eintauchen. Die Behandlung künstlicher Fäden mit Flüssigkeiten, derart, daß sie innerhalb einer solchen in Umdrehung versetzt werden, ist zwar schon vorgeschlagen worden, aber abgesehen davon, daß es sich dabei weniger um eigentliche Waschverfahren als um eine Koagulierung während des Aufspulens handelte, wurde die Spule vollständig in die Flüssigkeit eingetaucht, wodurch die nachstehend zu erörternde Wirkung nicht erzielt werden konnte. Man verwendet, um zweckentsprechend arbeiten zu können, am besten Spulen von größerem Durchmesser. Dadurch hat man den Vorteil, daß die Fadenlage im Verhältnis zur Fadenmenge sehr dünn ist.

Wie aus der Zeichnung ersichtlich, in der Fig. 571 einen Querschnitt durch eine Waschorrichtung, Fig. 572 einen dazu senkrechten Schnitt durch den Waschtrog mit Seitenansicht der Spule darstellt, werden eine oder mehrere derartige Spulen *a*, die mit Fadengut *b* in

beliebiger Weise belaufen sind, in einen Waschtrog *c* derart eingesetzt, daß sie sich darin um ihre wagerecht liegende Achse *d* drehen können, die durch die Wandung des Waschtroges hindurchgeführt ist und von außen her angetrieben wird. Man läßt dabei die Spulen etwa zur Hälfte eintauchen, so daß die Flüssigkeit nahezu bis an die Achse reicht. Darauf setzt man die Spulen in der Richtung der Fäden so langsam in Umdrehung, daß die Waschflüssigkeit durch die Zentrifugalkraft nicht mitgenommen wird. Gerade auf dieser Langsamkeit der Umdrehung beruht die neue technische Wirkung. Denn da bei der langsamen Umdrehung der Spulen die Zentrifugalkraft fast gleich Null ist, so hat die durch Absorption und Adhäsion mit hochgenommene Waschflüssigkeit genügend Zeit, in die unteren Fadenlagen einzudringen. Das Waschmittel wird demnach während der Drehung der Spulen eine Eigenbewegung unter dem Einfluß der Schwerkraft ausführen, und

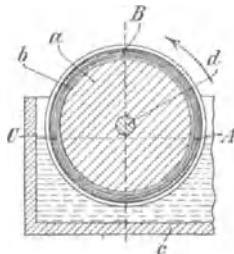


Fig. 571.

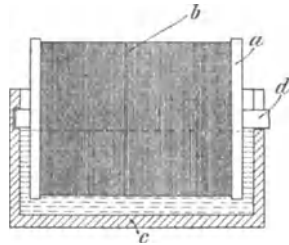


Fig. 572.

zwar wird diese Eigenbewegung, wenn die Umdrehung der Spulen in der Pfeilrichtung erfolgt, der Bewegung der Spulen und damit des Fadenguts vom Verlassen der Flüssigkeit bis zum höchsten Punkte des Weges, d. h. also von *A—B*, entgegengesetzt sein. Während der weiteren Bewegung vom höchsten Punkte bis zum Wiedereintritt in die Waschflüssigkeit, d. h. von *B—C*, wird dagegen die Eigenbewegung in derselben Richtung erfolgen wie die Bewegung der Fäden, und die Waschflüssigkeit wird daher der Bewegung der Fäden voraneilen. Hierdurch wird eine kräftige Durchdringung des ganzen Fadenguts mit der Waschflüssigkeit erzielt. Auf der anderen Seite hat die eingedrungene und in dem oberen Teile der Umdrehung mitgenommene Flüssigkeit beim Wiedereintreten des Fadenguts in die Waschflüssigkeit, also während der Bewegung von *C—A* durch die Waschflüssigkeit hindurch, infolge der langsamen Drehung ausreichend Zeit, sich durch neue Waschflüssigkeit zu ersetzen, da sie durch die aufgenommenen Chemikalien ein höheres spezifisches Gewicht bekommen hat als die Waschflüssigkeit. Auf diese Weise wird ein vollkommenes und rationelles Auswaschen der Kunstfäden mittels einer einfachen und daher billigen Einrichtung erreicht.

Um die so gewaschenen Kunstfäden zu trocknen, muß man sie auch während des Trocknens auf den Spulen lassen, denn die Fäden haben bis zu diesem Zeitpunkte eine so geringe Haltbarkeit, daß praktisch

ein Abspulen unmöglich ist. Würde man nun einfach die bewickelten Spulen in einen Trockenraum stellen, so würde sich naturgemäß der Rest der Waschflüssigkeit an der tiefsten Stelle der Spule ansammeln. Die Praxis hat aber ergeben, daß diese Stellen der Kunstfäden später eine geringere Haltbarkeit und auch ein anderes Verhalten Farbstoffen gegenüber haben als die zuerst trocken gewordenen Stellen der Kunstfäden. Um diese Übelstände zu vermeiden, hat es sich als zweckmäßig erwiesen, wenn man den Spulen bei horizontaler Lage der Achsen und in der Richtung der Fäden auch während des Trocknens eine langsame Drehung gibt, so daß der Rest des Waschwassers wohl mit hochgenommen wird, aber Zeit hat, sich gleichmäßig im gesamten Fadengut zu verteilen. Mit anderen Worten, die Drehung muß so langsam sein, daß die Zentrifugalkraft nicht zur Wirkung kommt. Durch diese Art des Trocknens erhält man ein in seiner Festigkeit und seinem Verhalten Farbstoffen gegenüber ganz gleichmäßiges Fadengut, und die Trocknung verläuft noch einmal so rasch als bei Stillstand der Spulen.

Patentanspruch: Verfahren zum Waschen und Trocknen von Kunstfäden auf den Spulen, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen, die während des Waschens nur teilweise in die Waschflüssigkeit eintauchen, in langsame Umdrehung um die im wesentlichen wagerecht liegende Achse versetzt werden, so daß einerseits beim Waschen die Waschflüssigkeit durch die Zentrifugalkraft nicht mitgenommen wird und in die unteren Fadenlagen einzudringen vermag und andererseits beim Trocknen der Rest der Waschflüssigkeit sich gleichmäßig im Fadenkörper verteilen kann.

Nach Gocher Ölmühle.

1093. Gocher Ölmühle, Gebr. van den Bosch, Goch, Rhld. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden.

D.R.P. 188 910 Kl. 29a vom 15. XI. 1905 (gelöscht); franz. P. 374 790; brit. P. 4015¹⁹⁰⁷ (O. Müller); schweiz. P. 42 026; österr. P. 32 553.

Die Nachbehandlung künstlicher Fäden aus Zelluloselösungen soll nach vorliegender Erfindung derart ausgeführt werden, daß die Fäden beim Waschen, Färben usw. möglichst unempfindlich gegen Wasser, selbst gegen kochendes Wasser werden, eine größere Festigkeit und Weichheit und den Glanz der Naturseide erhalten. Zu diesem Zwecke werden gewellte Spulen benutzt, auf welche die erzeugten Fäden aufgespult werden. Hierbei wird der Faden über Kreuz geführt, so daß nur an den Kreuzungsstellen Faden auf Faden liegt und Hohlräume entstehen, durch die die Flüssigkeit in innige Berührung mit dem Faden treten kann. Durch diese Kreuzwicklung entstehen bei den Spulen Quadrate, die sich bei dem weiteren Aufspulen immer mehr vertiefen. Die Versuche zeigten, daß diese Vertiefungen nur dann eine genügende Einwirkung der für die Nachbehandlung anzuwendenden Flüssigkeiten gestatten, ohne dabei eine schädliche, zu lange Berührung der Flüssigkeit mit den Fäden eintreten zu lassen, wenn gewellte Spulen für diese Kreuzwicklung angewendet werden. Bei Parallelwicklung und Benutzung von glatten Spulen werden die Fäden nur teilweise von den Nach-

behandlungsflüssigkeiten beeinflußt, weil letztere unterhalb des Fadens nicht umlaufen können. Damit sie wenigstens einigermaßen auf die Gesamtmasse des Fadens einwirken können, muß die Nachbehandlung erhebliche Zeit dauern. Wendet man Kreuzwicklung bei glatten Spulen an, so können die Nachbehandlungsflüssigkeiten ebenfalls nicht genügend umlaufen. Sie bleiben in den quadratischen Vertiefungen stehen und üben so eine unerwünschte Wirkung auf die künstlichen Fäden aus. Man kann deshalb bei Kreuzwicklung auf glatten Spulen nach der Nachbehandlung den Faden nicht mehr richtig abspulen, sondern erhält ein zusammengeklebtes, gewebeartiges Gebilde.

Die Nachbehandlung solcher Fäden, die aus z. B. 12—18 Einzel­fäden bestehen, kann im Strang nicht stattfinden, weil die Fäden sich völlig verwirren und von dem Strang nicht mehr auf Spulen gebracht werden können. Die Anwendung der Kreuzwicklung auf gewellte Spulen hilft allen solchen Übelständen ab, indem die quadratischen Vertiefungen die Nachbehandlungsflüssigkeiten nicht dauernd aufnehmen, sondern ihnen einen leichten, glatten Durchgang gestatten, weil

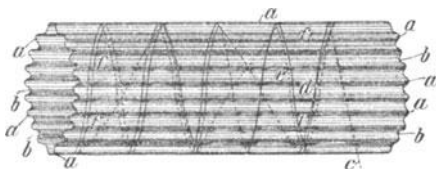


Fig. 573.

sie nach unten hin in die Oberflächenkanäle der Spulen münden, die nach beiden Seiten hin offen sind und offen bleiben. Da die Fäden, indem sie sich von Wellenrücken zu Wellenrücken ziehen, die Wellenböden überspringen, wird auch jede übermäßige Spannung verhindert.

In Fig. 573 ist in einem Beispiel die Art der Aufspulung des Fadens bei einer gewellten Spule gezeigt, die aus den Wellenrücken *a* und aus den Wellenböden *b* besteht. Der künstliche Faden erhält von *c* aus eine Kreuzführung *d*, *e*. Durch die bei dieser Wicklung gebildeten Hohlräume *f* treten die zum Waschen, Bleichen usw. dienenden Flüssigkeiten.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß diese unmittelbar nach ihrer Formung auf längsgewellte Spulen mittels Kreuzwicklung aufgespult werden, worauf der so aufgewickelte Faden den üblichen oder gewünschten weiteren Behandlungen, wie Behandlung in Bädern, Trocknen usw., unterworfen wird.

Nach Henckel von Donnersmarck.

**1094. Fürst G. Donnersmarck'sche Kunstseiden- und Acetatwerke, Sydows-
aue b. Stettin.** Verfahren und Vorrichtung zum Auswaschen und Auslaugen von Garnspulen, insbesondere von solchen, deren Fäden aus Zelluloselösungen bereitet sind.

D.R.P. 187 090 Kl. 29a vom 3. V. 1905 (gelöscht).

Die bisher bekannt gewordenen Arbeitsweisen der Spulenwäscherei bestehen darin, daß man die Spulen einfach in Wasser stellt oder fließendes Wasser über die Spulen strömen läßt, oder daß man Wasser

auf festliegende oder bewegte Spulen tropfen läßt und das abtropfende Wasser zur Vorwäscherei darunterliegender Spulen benutzt¹⁾. Die Spulen müssen in letzterem Falle von unten nach oben fortbefördert werden, und es ist eine gründliche Auslaugung nur durch Anwendung von viel Zeit, Wasser und Arbeitskraft möglich. Die erstgenannte Arbeitsweise ist durch großen Wasserverbrauch unvorteilhaft, so daß das Auswaschen im Gegenstrom einen entschiedenen Vorteil darstellt. Das oben angegebene Verfahren hat aber den Nachteil, daß durch den erforderlichen Transport während des Waschens und durch die schwer regelbare Fallwirkung der Tropfen Verletzung des Materials nicht ausgeschlossen ist, während andererseits eine gleichmäßige und ununterbrochene Ausscheidung der Chemikalien nicht stattfinden kann.

Den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet nun ein Verfahren zum Auslaugen derartiger Garnspulen, durch welches diese Auslaugung mit ganz geringem Wasseraufwand und in schonendster Weise erzielt wird, indem man das Auslaugen in Wasser mit dem Gegenstromprinzip ausführt. Dies erreicht man dadurch, daß die übereinander liegenden Gruppen oder batterieweise gelagerten Spulen sich in einem bleibend gefüllten Wasserbehälter befinden und die Auslaugung nach dem Prinzip der Verdrängung nach dem spezifischen Gewicht erfolgt, während die Spulengruppen oder Batterien absetzend oder stetig langsam aufwärts rücken. Wesentlich ist, daß die Spulen sich während der Auslaugung unter Wasser befinden.

Um möglichst an Raum zu sparen, werden die Spulen reihenweise auf Stäbe oder abgedichtete Rohre aufgesteckt, welche durch eine Grundplatte verbunden und mit dieser ein geschlossenes Ganzes sind. Zur Erleichterung der Handhabung und der Beschickung solcher Batterien kann die Einrichtung auch so getroffen sein, daß die Spulen außerhalb des Batteriebrettes zunächst auf ein hohles Rohr gesteckt werden, welches unten einen Flansch trägt, um das Herabgleiten der Spulen zu verhindern, und oben mit einem Griff versehen ist. Diese hohlen, mit Spulen beschickten Rohre lassen sich dann leicht dorthin bringen, wo die Batteriebretter mit den Stäben oder Rohren zum Aufstecken stehen, und es können dann die mit Spulen beschickten Rohre einfach auf die Stäbe usw. aufgesteckt werden. Die fertig beschickten Batterien, in denen sich die Spulen auf den Stäben oder Rohren aufgesteckt befinden, werden nun in einen Wasserbehälter gebracht, in dem das Wasser und die Spulenbatterien sich im Gegenstrom gegeneinander bewegen.

Fig. 574 zeigt ein Einzelrohr *a* des Batteriebrettes *c* (Fig. 575), auf das die Spulen *b* übereinander aufgesteckt sind. Fig. 575 zeigt schematisch ein solches Batteriebrett mit den Rohren *a* von oben gesehen. Fig. 576 zeigt eine Anordnung, wie oben beschrieben, nämlich ein Hilfsrohr *d* im Schnitt, welches an seinem unteren Ende einen Flansch *d*¹ trägt und an dem oberen Teil mit dem Bügel *d*² versehen ist. Auch hier sind die Spulen mit *b* bezeichnet. Das ganze Rohr ist von einer

¹⁾ Siehe S. 346 u. 347.

solchen Weite, daß es auf die Rohre oder Stäbe *a* aufgesteckt werden kann. In Fig. 577 sind *e* in solcher Weise beschickte Batterien, die gegebenenfalls in einem geeigneten Rahmen oder Gehäuse untergebracht

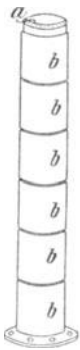


Fig. 574.

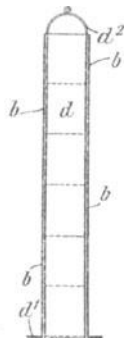


Fig. 576.

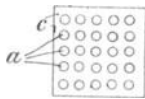


Fig. 575.

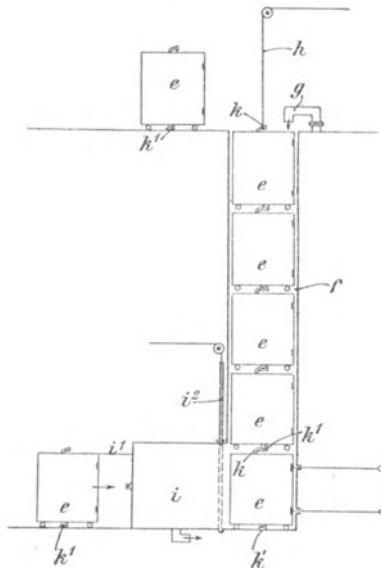


Fig. 577.

sind. *f* ist ein turmförmiger Auslaugebehälter, welcher durch das Rohr *g* oberhalb mit Wasser versorgt wird. Durch *h* ist ein Flaschenzug oder eine sonstige Hebevorrichtung angedeutet, um die Batterien aus dem Wasserbehälter herausheben zu können. *i* ist eine Schleuse mit zwei Türen *i*¹ und *i*². Um die Batterien *e* aneinander kuppeln zu können, sind sie an ihrer oberen und unteren Seite mit einem entsprechenden Haken *k* und *k*¹ versehen.

Die Arbeitsweise ist folgende: Die Batterien werden unten durch die Schleuse *i* eingefahren und verbinden sich durch die Haken *k* und *k*¹ zu einer Kette. Der Auslaugebehälter *f* ist mit Wasser gefüllt und es verdrängt das

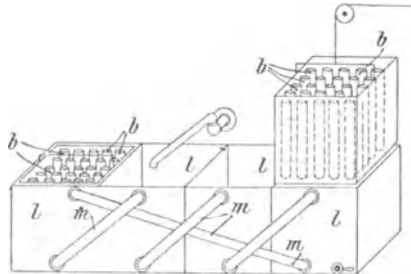


Fig. 578.

Wasser die in den Fäden enthaltenen Salze derart, daß, wenn die Batterien oben ankommen, sie ausgewaschen sind. Es wird dann die oberste Batterie hochgezogen, durch die Schleuse eine neue Batterie eingefahren, unten angekuppelt und sodann die oben herausgezogene Batterie weggefahren. In Fig. 578 ist eine andere Ausführungsform dargestellt, in welcher die Auslaugung nicht in einem lotrechten, sondern in einem wagerechten Gefäß geschieht. Die Gefäße *l*

sind in an sich bekannter Weise durch Rohre *m* derart miteinander verbunden, daß sie hintereinander geschaltet sind, und es findet die Wasserzuführung zu jeweilig demjenigen Gefäße statt, welches die am meisten gewaschene Batterie enthält. Auch hier sind entsprechende Hebevorrichtungen zum Auswechseln der Batterien vorgesehen.

Patentanprüche: 1. Verfahren zum Auswaschen und Auslaugen von Garnspulen, insbesondere von solchen, deren Fäden aus Zelluloselösungen bereitet sind, dadurch gekennzeichnet, daß Spulen, Spulengruppen oder Batterien von Spulen mit einer Wassermasse überdeckt werden und die Wasserbewegung zur Bewegung der Spulen im Gegenstrom geschieht.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen, Spulengruppen oder Batterien turmförmig übereinandergesetzt in einem mit Wasser gefüllten Gefäß untergebracht werden, durch welches sich das Wasser von oben nach unten bewegt, während die Spulen absetzend oder stetig von unten nach oben bewegt werden.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Wassergefäß an seinem unteren Ende eine Schleuse besitzt, um während der Füllung des Gefäßes neue Spulenbatterien unten einführen zu können, während die ausgewaschenen an der Oberseite herausgenommen werden.

Nach Küttner.

1095. Firma Fr. Küttner, Pirna a. E. Vorrichtung zum Auswaschen von aufgestapelter Kunstseide.

D.R.P. 271 656 Kl. 29a vom 21. VII. 1912 (gelöscht).

Beim Waschen aufgespulter Kunstseide mittels der bekannten Einrichtungen hat sich der Übelstand gezeigt, daß die aufgewickelte Seide infolge des Herausfallens der Spulen aus dem Rahmen, in dem sie auf Latten aufgesteckt waren, beschädigt und durch Aufstoßen oder sonst verletzt wurde. Auch wurden die Spulen selbst, wenn sie im Rahmen verblieben, da sie über den Rahmen hinausragen, schon beim Transport leicht beschädigt.

Die vorliegende Erfindung vermeidet die geschilderten Übelstände, und zwar durch die besondere Ausgestaltung der zur Ausübung des Verfahrens benutzten Einrichtung. In der Zeichnung ist Fig. 579 eine schaubildliche Darstellung eines Spulenrahmens, Fig. 580 ein Schnitt

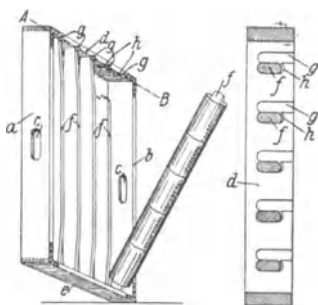


Fig. 579.

Fig. 580.

nach A—B von Fig. 579. Der Rahmen besteht aus vier Leisten, von denen *a* und *b* mit Öffnungen *c* versehen sind, die als Handgriffe wirken. Wesentlich ist die Konstruktion der beiden Leisten *d* und *e*. Die Konstruktion der Leiste *d* ist deutlich in Fig. 580 zu erkennen. Als Spulenträger dienen die Latten *f*, von denen eine abgebrochen gezeichnet ist,

damit das Lager in der Leiste *d* besser hervortritt; eine andere ist mit fünf aufgesteckten Spulen schräg herausfallend dargestellt. Die Beschickung des Rahmens erfolgt in der Weise, daß die mit Spulen besteckten Latten erst mit dem einen Ende in entsprechende Aussparungen der Leiste *e*, dann mit dem anderen in die Schlitzte *g* eingeführt und hier nach rechts in die Lager *h* gedrückt werden. Die Leisten *f* sind also lose und herausnehmbar in dem Rahmen befestigt. Der Rahmen selbst wird an seinen Ecken nicht, wie bisher, durch Metallverbindung zusammengehalten, sondern in der Weise, daß die Leisten mit Zähnen ineinandergreifen, durch die noch ein Holzzapfen geführt wird. Die Höhe der Leisten *a*, *b*, *d* und *e* ist hierbei höher als der Durchmesser der auf die Latten *f* aufgezogenen Spulen.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zum Auswaschen von aufgespulter Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß die einzelnen Spulen auf Latten stecken, welche unmittelbar in besonderen Ausnehmungen des Rahmens angebracht werden.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zum Tragen der Spulen bestimmten Latten mit ihrem einen Ende in entsprechende Öffnungen der einen Rahmenquerleiste eingelassen werden und die anderen Enden der Latten in der gegenüberliegenden Rahmenleiste durch einen Zugangskanal (*g*) in entsprechende, seitlich der Zugänge liegende Aussparungen (*h*) gebracht werden.

1096. Firma Fr. Küttner, Pirna a. E. Waschmaschine für Kunstseidespulen.

D.R.P. 371 817 Kl. 29a vom 22. XI. 1921.

Zum Waschen von Kunstseidespulen ist es bekannt, die von der Spinnmaschine kommenden Spulen (Vorgarnspulen) auf wagerechte Tragstäbe aufzureihen, sie in diesem Zustande der Bespülung durch fließendes Wasser auszusetzen und die Tragstäbe der Zuflußstelle des frischen Wassers entgegen, also nach oben, zu führen. Man hat auch die Tragstäbe von endlosen Ketten führen lassen. Erfindungsgemäß werden stockwerkartig übereinanderliegende Stützen (Tragrollen) für die Tragstäbe angeordnet und diese zeitweise durch eigenartig geführte Greiferschienen von den Tragrollen abgehoben und auf die nächstoberen Tragrollen niedergelegt, wobei die obersten Greifer zugleich den obersten, aus dem Arbeitsgang auszuschaltenden Tragstab aus dem Arbeitsbereich herausholen und zum Abnehmen bereit halten. So lassen sich auf kleinerer Grundfläche, als sie die Kette für ihren aufwärts und für ihren abwärts gehenden Trumm verlangt, zwei senkrechte Reihen von Tragstäben unterbringen, welche in reiner Durchführung des Gegenstromprinzips beide aufwärts wandern. Dabei können auch in an sich bekannter Weise die Tragstäbe und durch sie die Spulen langsam gedreht werden, indem man die als Stützen dienenden Tragrollen dreht.

Eine solche Maschine ist auf den Zeichnungen dargestellt, und zwar ist Fig. 581 ein Aufriß, Fig. 582 eine Seitenansicht von links, Fig. 583 eine Seitenansicht von rechts gesehen. Fig. 584 zeigt im größeren Maßstabe ein Stück der Gestellwange mit den Stützrollen für die Tragstäbe und den Führungen für die Greiferschienen von innen gesehen. Fig. 585

und 586 sind Längsschnitt und Seitenansicht des Triebwerkes. In den Gestellwangen *1* ist oben der mit dem Zuleitungsrohr *3* verbundene Verteiler *2* für das Waschwasser angeordnet; seine in den Ebenen der beiden Spulenreihen liegenden Auslaufdüsen *4* sind als feinflöchrige Brausen gestaltet oder besser mit durchlässigem Webstoff überspannt, welcher etwaige Unreinigkeiten im Wasser zurückhält und das Wasser in gleichmäßiger Verteilung durchfließen läßt.

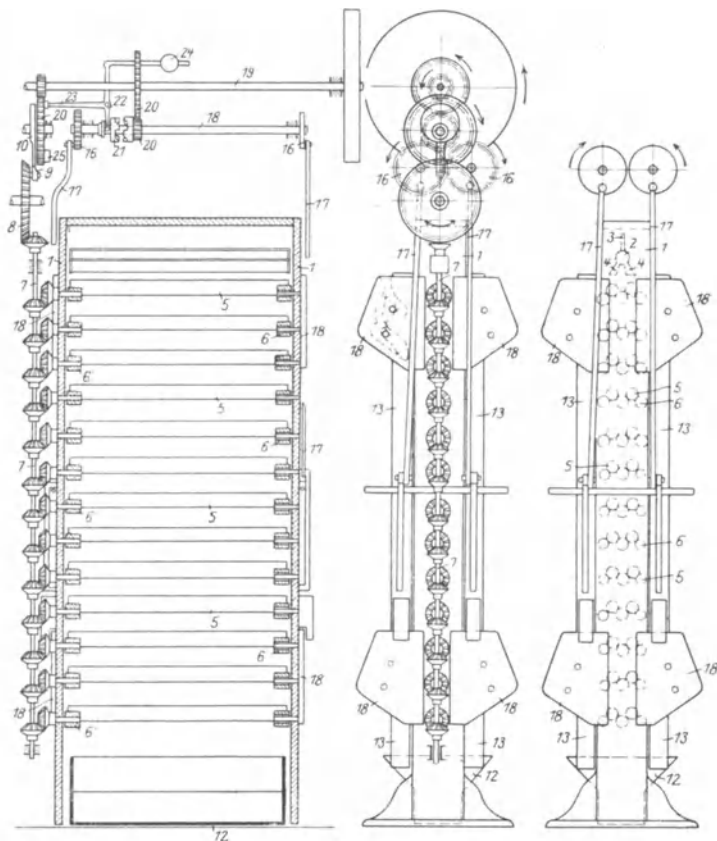


Fig. 581.

Fig. 582.

Fig. 583.

5, 5 sind die aus Holz oder Bambusrohr bestehenden Tragstäbe, auf welche die ihrerseits auf einen röhrenförmigen Kern *a* von größerem Durchmesser als die Tragstäbe aufgewickelten Spulen *b* (Fig. 587) aufgesteckt werden. An der Innenseite der Gestellwangen *1* liegen stockwerkartig übereinander je drei Stützrollen *6, 6', 6* für die Tragstäbe. Die rechtsseitigen Rollen drehen sich frei um Achszapfen. Dasselbe ist bei den linksseitigen Rollen hinsichtlich der beiden äußeren Rollen *6, 6* der Fall, während die linksseitigen Mittelrollen *6'* auf ihren in der Wange *1* drehbaren Achsen festsitzen und durch die gezeichneten

Kegelräder und die stehende Welle 7 gemeinsam umgetrieben werden. Die stehende Welle empfängt ihren Antrieb von dem großen Kegelrad 8, welches durch Exzenter 9 eine Hin- und Herdrehung erfährt. Eine gleichartige Drehung empfangen also auch die Mittelrollen 6' der linken Seite, wodurch die gemäß Fig. 584 aufgelegten

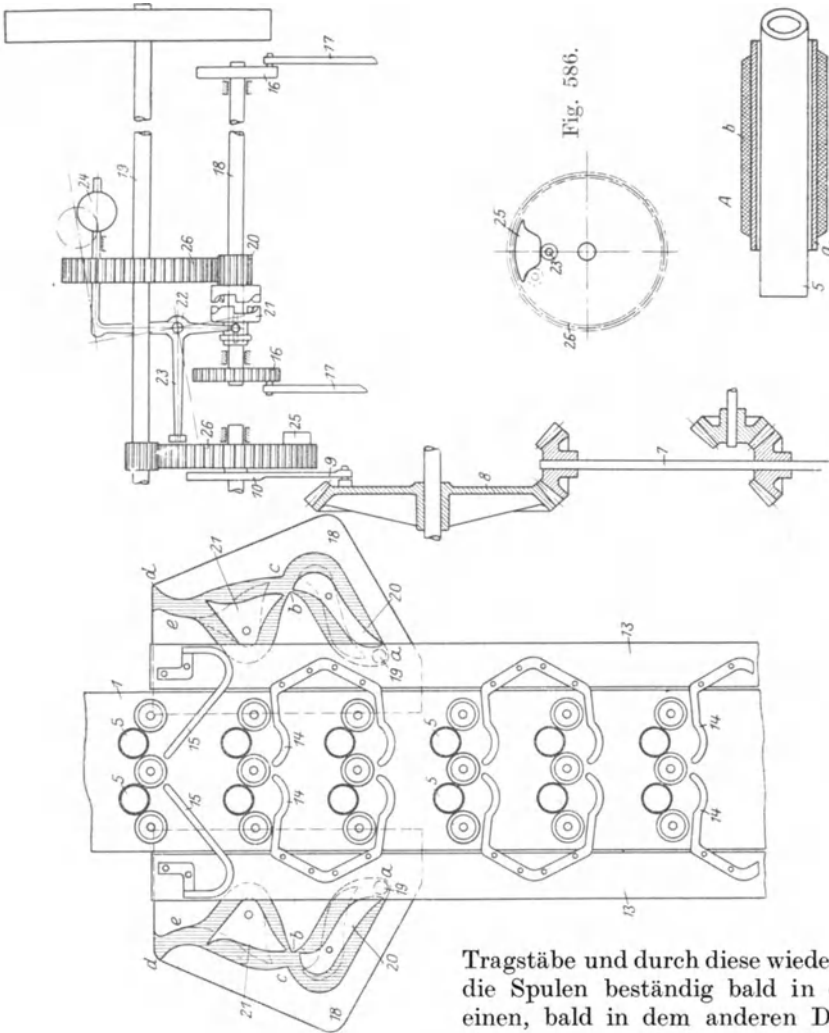


Fig. 587.

Fig. 585.

Fig. 584.

Tragstäbe und durch diese wiederum die Spulen beständig bald in dem einen, bald in dem anderen Drehsinne langsam gedreht werden. Sofern

sich bei der Drehung in dem einen Sinne das Fadenende von den Spulen abwickelt, wird es bei der Drehung im entgegengesetzten Sinne wieder aufgewickelt. Das aus dem Verteiler 2 bis 4 ausströmende Wasser rieselt also über die senkrechten Tragstabreihen mit den aufgesteckten Spulen in der Weise hinab, daß es zunächst auf die Scheitel der Spulen

in der obersten Reihe träufelt, nun teils auf, teils in der lockeren und wasseraufnehmenden Bewicklung um die Spulen herumläuft, dann auf die nächstunteren Spulen niederrieselt usw. Hierbei bewirkt die beschriebene Drehung der Spulen, sei es nun, daß sie in stets einerlei Richtung oder hin und her drehend geschieht, daß die Spulen nicht immer dieselbe Stelle ihrer Bewicklung nach unten kehren, wobei sich in der Fadelage an dieser Stelle säurehaltiges Wasser halten könnte. Insoweit sei bemerkt, daß zwar das Wasser bis zum unteren Scheitel der Spule läuft, nicht etwa vorher von der Spule niederrieselt, daß es aber wenig Neigung hat, gerade an dieser Stelle die Bewicklung bis in die innersten Schichten hinein in lebendiger Bewegung zu durchlaufen; diesem Fehler wirkt also die Drehung der Spulen entgegen. Um sicher zu sein, daß sich das niederrieselnde Wasser stets gleichmäßig auf die ganze Tragstablänge verteilt, kann man zwischen den Stockwerken Verteiler anbringen, die ähnlich wie der Verteiler 3 bis 4 beschaffen sein, aber auch aus einfachen halbrunden Rinnen mit Brauselöchern bestehen können. Unten wird das ablaufende Wasser von einem Auffangkasten 12 mit anschließender Abflußleitung aufgefangen. Läßt man nun erfindungsgemäß die Tragstäbe mit den Spulen derart nach oben vorrücken, daß der jeweils oberste Tragstab fortgenommen und dafür unten ein neuer mit ungewaschenen Spulen eingelegt wird, so bedeutet das das Arbeiten im reinen Gegenstromprinzip. Denn, da die Spulen, je mehr die Tragstäbe nach oben rücken, um so länger im Arbeitsgange verweilen und folglich um so reiner sind, so begegnet das frisch zufließende Wasser den am meisten gewässerten Spulen. Um nun die senkrechten Stabreihen in dieser Weise selbsttätig nach oben fortrücken zu lassen, sind die Greiferschienen 13 mit den Greifern 14 und 15 angeordnet (Fig. 584). Die obersten Greifer 15, welchen eine besondere Rolle zufällt, sollen später besonders behandelt werden, so daß das Folgende zunächst für die übrigen Greifer 14 gilt. Werden die Schienen 13 zunächst senkrecht oder wesentlich senkrecht emporbewegt, so legen sich die Greifer 14 mit ihren flachen Ausrundungen unter die Tragstäbe, die sie von den Stützrollen abheben. Weiterhin werden die Tragschienen in der Weise erst nach oben und außen, dann nach oben und innen und schließlich wieder nach unten und innen geführt, daß die Greifer 14 die Tragstäbe um die nächstoberen Rollen herum- und über sie hinwegtragen, um sie schließlich auf diese nächstoberen Rollen abzusetzen. Diese Bewegung erfolgt durch Schubkurbelgetriebe, bestehend aus den Rädern 16 und den Schubstangen 17, mit Hilfe der besonders aus Fig. 584 ersichtlichen Kurvenführungen 18. Die Greiferschienen greifen mit den Führungsstiften 19 in die in die Platten 18 eingearbeiteten Vertiefungen ein, in welchen die Weichen 20 und 21 beweglich sind. Geht unter dem Zuge ihrer Schubstange 17 die Schiene 13 empor, so muß sich der Zapfen 19 längs der Krümmung $a-b$ bewegen, da die Weiche 20 dem Zapfen 19 den Weg nach außen versperrt. Kurz vor Erreichen des Vorsprungs bei b wird die Weiche 20 seitens des Zapfens 19 in die gestrichelte Stellung gedrängt, um nach dem Durchgang des Zapfens wieder in die alte Stellung zurückzufallen. Von nun an muß sich der Zapfen 19 längs der

Krümmung $c-d$ bewegen, da ihm nun wieder die Weiche 21 die Einwärtsbewegung verwehrt. Kurz vor Erreichen der Höchststellung des Zapfens wird Weiche 21 in die gestrichelte Stellung gedrängt, um nach dem Durchgang des Zapfens wieder zurückzufallen. Wenn jetzt der Zapfen wieder niedergeht, so folgt er der Krümmung $e-b$, da ihn die zurückgefallene Weiche 21 nach innen zwingt. Bei b findet der Zapfen den Weg, auf dem er emporgegangen, durch die Weiche 20 versperrt; er muß also nach c hin und längs der Krümmung $c-a$ in seine anfängliche Tiefstellung zurückgehen. Die obersten Greifer 15 haben gleich den unteren Greifern die Tragstäbe 5 abzuheben, nicht aber sie wieder in den Arbeitsbereich zu führen. Sie haben deshalb die aus Fig. 584 ersichtliche Hakenform, vermöge welcher die von den Stützrollen abgehobenen Tragstäbe auf den schrägen Armen nach außen rollen und sich in die muldenförmigen Krümmungen einlegen, aus denen sie von Hand entnommen werden. Es liegt im Wesen der Sache, daß, während die Stützrollen 6' beständig bewegt werden, die eben beschriebene Greifervorrichtung zumeist ruht und nur in gewissen Zeitabschnitten, dann aber verhältnismäßig schnell bewegt wird, damit nicht die Spulen länger als unbedingt nötig außer dem Bereich des fließenden Wassers verweilen. Zu diesem Behufe wird die die Schubkurbelgetriebe 16, 17 bewegende Welle 18 von der Antriebswelle 19 aus durch entsprechende Zahnräderübersetzung (Fig. 581 und 585) vergleichsweise schnell gedreht und zeitweise für einen Umlauf mit dem treibenden Zahntrieb 20 gekuppelt. Die auf Welle 18 undrehbar verschiebbare Kupplungshälfte 21 wird durch den bei 22 schwingenden Hebel 23 mit Gegenbelastung 24 eingerückt, sobald und solange der Steuernocken 25 an dem langsam umlaufenden Rade 26 auf den mit einer Rolle bewehrten Arm des Hebels 23 wirkt.

Patentsprüche: 1. Waschmaschine für Kunstseidenspulen, bei welcher Tragstäbe mit den aufgereihten Spulen im Bereiche fließenden Spülwassers emporbewegt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Tragstäbe (5) auf seitlichen Stützen (Rollen 6, 6') am Gestell liegen und durch auf und nieder und zugleich in wagerechter Richtung hin und her gehende Schienen (13) mittels Greifer (14) von den Stützen abgehoben und auf die nächstoberen Stützen gelegt werden.

2. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die obersten Greifer (15) derart ausgebildet sind, daß sie den von den obersten Stützen (6, 6') abgehobenen Tragstab (5) über ihre Schrägflächen in Rasten rollen lassen, aus denen er mit der Hand entfernt werden kann.

3. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Greiferschienen mit Hilfe von Kurvenführungen (18) mit Weichen (20, 21) derart bewegt werden, daß die Greifer zunächst wesentlich senkrecht aufwärts gehen, um die Tragstäbe (5) von den Stützen (6, 6') abzuheben; daß sie hiernach eine zuerst schräg nach außen und oben, dann wieder schräg nach oben und innen gehende Bewegung machen, um die Tragstäbe aus dem senkrechten Bereich der Stützen heraus und oberhalb der nächstoberen Stützen wieder in diesen Bereich hineinzuführen; daß hiernach die Greiferschienen nach unten und innen gehen, um die Tragstäbe auf ihre jetzigen Stützen abzusetzen; daß schließlich die Greifer

in winklig gebrochener Bewegung wieder nach unten und außen, dann nach unten und innen gehen, um in die Anfangsstellung zurückzugelangen.

4. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß von den als Stützen dienenden Rollen (6, 6') mindestens eine (6'') beständig umläuft, um diese Bewegung dem Tragstabe (5) mitzuteilen.

5. Maschine nach Anspruch 1 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Drehrichtung der Rollen (6, 6') in regelmäßigen Zeitabschnitten wechselt, um ein längeres Abwickeln des Fadenendes zu vermeiden.

6. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in jedem Stockwerk beiderseits je drei Stützrollen zum Tragen zweier Stäbe nebeneinanderliegen und daß die mittleren Stützrollen (6'') auf einer Seite der Maschine durch Kegelräderpaare mit einer stehenden Welle (7) gekuppelt sind, welche durch Triebwerk, ebenfalls durch ein Wendegetriebe (8, 9, 10) zur wechselweisen Drehung der Rollen gemäß Anspruch 5 umgetrieben werden.

7. Maschine nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Greiferschienen (13) von der Antriebswelle (19) aus durch Schubstangen (17) und ein Getriebe (18, 20), welches von beständig umlaufenden Getriebsteilen (26) durch Steuernocken (25) und Kupplungsvorrichtung (22, 23, 24) zeitweise ein- und ausgeschaltet wird, selbsttätig bewegt werden.

1097. Fa. Fr. Küttner, Pirna a. E. Verfahren und Vorrichtung zum Auswaschen von auf Spulen aufgewickelter Viskosekunstseide.

D.R.P. 404 404 Kl. 29a vom 28. XII. 1921.

Es ist bekannt, auf Spulen aufgewickelte Viskosekunstseide dadurch zu waschen, daß man die Spulen übereinander anordnet, es ist auch bekannt, die Spulen im Gegenstrom dem Wasser entgegenzuführen. Die praktische Anwendung ergibt nun, daß das Waschen der Spulen in kaltem Wasser sowohl beim Betropfen, als auch in einem Bottich mit durchlaufendem kaltem Wasser eine Zeit bis zu 6 Tagen beansprucht. Das Auswaschen der frisch besponnenen Spulen mit heißem Wasser, das ein Auswaschen beschleunigen könnte, ist nicht zugänglich, weil die in heißes Wasser gebrachten oder damit besprengten Zellulosefäden unter dem Einfluß der anhaftenden Säure infolge hydrolytischer Spaltung der Zellulose angegriffen werden. Es hat sich ferner ergeben, daß die mit kaltem Wasser gewaschenen Spulen wohl säurefrei werden, daß sie aber auf der Auflagestelle auf den Spulen den Schwefelkohlenstoff so stark festhalten, daß er auch bei getrockneter Kunstseide in Form von weißen Flecken merkbar ist, welche außerdem den Faden faul machen. Der Versuch wurde gemacht, die mit kaltem Wasser von der Säure befreiten Spulen nachträglich der Einwirkung von Wasser mit einer Temperatur von siedendem Schwefelkohlenstoff auszusetzen. Auch dieser Weg führt nicht zu dem gewünschten Ziele, weil offenbar der Schwefelkohlenstoff chemisch gebunden ist und sich bei einer Temperatur von 44° noch nicht aus der Zelluloseverbindung löst. Erst wenn man die Temperatur auf 60° bringt, tritt eine Zersetzung der Schwefelkohlenstoff-Zellstoff-Verbindung ein, was sich dadurch bemerkbar

macht, daß Schwefelkohlenstoff in Gasperlen durch das Wasser abgeht und entweicht. Aus diesen Beobachtungen heraus ergibt sich nun folgendes Verfahren: Die auf Spulen aufgewickelte Kunstseide wird heißem Wasser von $60-70^\circ$ entgegengeführt. Dabei muß die Anordnung so getroffen werden, daß das heiße Wasser auf die von Säure bereits ausgewaschene Spule tropft, während das abgekühlte Wasser die vom Spinnbad kommenden sauren, frisch gesponnenen Spulen wäscht. Jetzt sind die Bedingungen erreicht, daß die Säure kalt und der Schwefelkohlenstoff bei $60-70^\circ$ ausgewaschen wird.

Ausführungsbeispiel 1: Holzbottiche, in welche auf Rahmen gesteckte mit Viskosekunstseide bewickelte Spulen eingelegt werden, sind durch hintereinander ringförmig geschaltete Rohre verbunden,

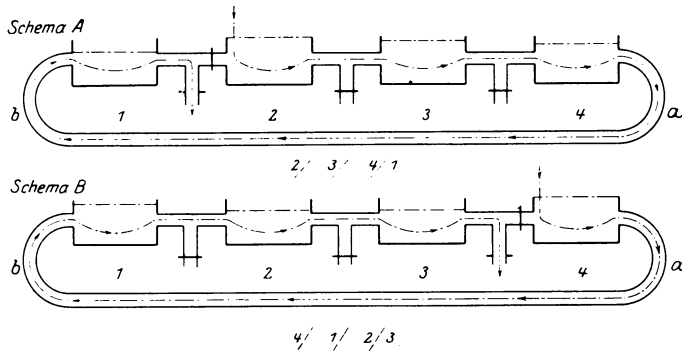


Fig. 588.

dergestalt, daß man in den ersten Bottich heißes Wasser von etwa 60° einfließen läßt, welches nach Durchlaufen von mehreren Bottichen nach dem letzten auf Zimmertemperatur abgekühlt abläuft. Im kontinuierlichen Betrieb legt man frische Spulen auf Rahmen in den letzten Bottich ein und führt diese, wenn wieder frische Spulen kommen, nach und nach dem heißen Wasser entgegen. Die Bottiche sind ähnlich miteinander verbunden, wie die einzelnen Apparate einer Diffusionsbatterie. Jede Batterie kann die erste sein und aus jedem Bottich kann das Wasser abgeführt werden. Die Schaltung der Bottiche ist aus Fig. 588 ersichtlich. Es sind 4 Kästen 1 bis 4 hintereinander geschaltet und durch eine Umlaufleitung *a*, *b* miteinander verbunden. Das Waschwasser fließt in der Richtung der Pfeile. Beim Schema A läuft das Wasser bei Bottich 2 ein, durchläuft die Bottiche 3, 4 und 1, wobei es sich abkühlt. Die Wasserniveaus sind verschieden, derart, daß bei Bottich 2, wo das Wasser einläuft, das Niveau am höchsten, bei Bottich 1, wo das Wasser abläuft, am niedrigsten ist, was die Strömung in den Kästen bewirkt. In den Kasten 1, hinter welchem das abgekühlte Wasser abfließt, werden die von der Spinnmaschine kommenden Rahmen mit den sauren Spulen eingesetzt, aus dem Kasten 2, in den frisches warmes Wasser einläuft, werden die Rahmen mit den fertig gewaschenen Spulen herausgenommen. Dann läßt man Frischwasser in Bottich 3 einlaufen, und ein neuer Rahmen mit sauren, frisch gesponnenen Spulen kommt

in Kasten 2. Das Schema *B* von Fig. 588 zeigt den Wassereinlauf bei 4 und den Auslauf bei Bottich 3.

Ausführungsbeispiel 2: Auf einem bekannten Tropfgestell werden auf übereinander angeordneten Stäben Spulen aufgesteckt. Die Stäbe mit den Spulen können von unten nach oben geführt werden. Von oben fließt 60—70° warmes Wasser auf die Spulen. Auch hier ist, wenn das Gegenstromprinzip immer im Gang ist, gewährleistet,

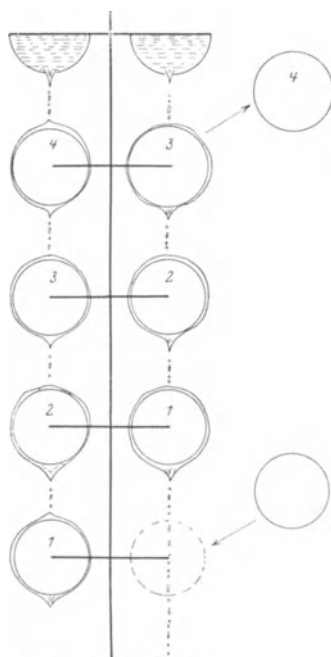


Fig. 589.

Viskosekunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß man die Spulen bis zur Säurefreiheit zunächst mit kaltem Wasser und dann bis zur Schwefelkohlenstofffreiheit mit 60—70° heißem Wasser behandelt.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Bottiche, in welche auf Rahmen aufgesteckte, mit Viskosekunstseide bewickelte Spulen eingelegt sind, kreisförmig geschaltet sind, in den am meisten ausgewaschene Spulen enthaltenden Bottich Wasser von 60—70° fließt und dieses im Gegenstrom weitergeleitet wird.

Nach Courtaulds Ltd. und Clayton.

1098. Courtaulds Ltd., London, und J. Clayton, Warwick. Verbesserungen an Apparaten zum Bleichen, Färben, Waschen und sonstigen Behandeln von Garn- oder Seidensträngen mit Flüssigkeiten.

Brit. P. 9067¹⁹¹³.

Die Strähne sind auf Trägern angeordnet, die auf Schienen laufen und so bewegt werden, daß sie gehoben, in einer Richtung verschoben

daß das heiße Wasser der von Säure ausgewaschenen Spule gegenüber steht und das am meisten abgekühlte Wasser auf die säurehaltige frische Spule tropft. Der technische Vorteil dieses Verfahrens mit dem Gegenstromprinzip und abkühlendem Wasser besteht darin, daß die Spulen in kurzer Zeit ausgewaschen sind, ohne daß die Seide geschädigt wird. Außerdem ist die höchste Reinigung der Faser erreicht. Fig. 589 zeigt auf der linken Seite 4 übereinander angeordnete Spulen, über die, von oben her kommend, das heiße Wasser rieselt. Die rechte Seite der Zeichnung zeigt, wie die 4. Spule aus dem Waschstrom herausgenommen ist, die Spulen 1, 2 und 3 eine Etage höher gerückt sind und der unterste Platz für eine neue Spule freigeworden ist. Die neue Spule ist sauer und kommt frisch von der Spinnmaschine. Das oben zulaufende heiße Wasser ist in den untern Reihen abgekühlt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Auswaschen auf Spulen aufgewickelter

und danach gesenkt und in ihre vorherige Stellung zurückgeführt werden und nach und nach durch den ganzen Apparat hindurchgehen. Dabei werden die Träger für die Strähne gedreht. Sämtliche Bewegungsorgane sind in Kammern eingeschlossen, um sie vor der Berührung mit sie angreifenden Flüssigkeiten zu bewahren. Um diesen Zweck noch vollkommener zu erreichen, wird in die Kammern, die die Bewegungsorgane schützen, z. B. Druckluft eingeleitet, sie tritt an den Stellen aus, an denen die bewegenden Teile durch die Kammern hindurchgehen und verhindert so, daß dort sich schädliche Flüssigkeit ansammeln kann. Die durch den Apparat hindurchgehenden Träger werden erst in einer Richtung und dann in der entgegengesetzten Richtung in Umdrehung versetzt. Während des Durchgehens der Träger durch den Apparat wird Flüssigkeit, bei Kunstseide z. B. Entschweflungs-, Wasch- oder Bleichflüssigkeit, aus einem hochliegenden Troge über die Strähne gegeben und unten in einem Troge aufgefangen. (7 Zeichnungen.)

Nach Courtaulds Ltd.

1099. Courtaulds Ltd., London. Wickelkörper mit flüssigkeitsdurchlässigem Teil zur Aufnahme von Kunstfäden.

D.R.P. 338 930 Kl. 29a vom 23. V. 1920 (Prior. Engl. vom 9. II. 1920); brit. P. 163 099.

Bekanntlich werden die Kunstfäden nach ihrer Bildung im Koagulierungsbad auf undurchlässige, säurefeste Spulkörper, z. B. aus Glas, Steingut usw., aufgewickelt und nachher auf ihnen zur Entfernung von Chemikalien gewaschen, hierauf getrocknet und behufs weiterer Behandlung von den Spulkörpern abgenommen. Infolge der Dicke des Wickels auf diesen Spulkörpern, die, wie gesagt, selbst undurchlässig sind, vermag das Waschwasser meist nicht in genügendem Maße bis zu den innersten Wickelschichten zu gelangen, und das Waschen wird unregelmäßig bzw. unvollkommen oder erfordert geraume Zeit, um die Ware durch und durch zu behandeln. Diese Unvollkommenheit oder Langsamkeit der Behandlung mag sich vielleicht dadurch erklären, daß das Wasser in der Nähe des Spulkörpers keinen oder nur einen schwachen Abfluß findet, so daß es, statt die innersten Schichten zu durchfließen, sich dort gewissermaßen staut. Für die Behandlung künstlicher Seide die sonst für anderes Fasermaterial gebräuchlichen, gelochten, netzartig ausgebildeten und sonstwie durchbrochenen Faden-träger zu benutzen, geht nicht an, weil der ohnehin zarte Kunstseidenfaden durch Einpressen in die Durchbrechungen zu Schaden käme.

Um nun diese Übelstände zu beseitigen, wird beim Wickelkörper gemäß der Erfindung zur Aufnahme der Kunstfäden ein flüssigkeitsdurchlässiger Teil benutzt, dieser aber für die Behandlung des Wickelgutes in Form einer Faserstoffhülle derart auf eine undurchbrochene Spule dicht anschmiegend aufgebracht, daß die aus der innersten Wickelschicht austretende Flüssigkeit in der Hülle selbst der Spule entlang nach deren Enden hin abgeleitet wird. Auf diese Weise wird ohne irgendwelche Lagenverschiebung oder Quetschung des Wickelgutes oder von Teilen davon eine vollkommene Durchtränkung der Ware

erzielt. Diese Hülle kann z. B. aus Netzwerk, aus Strickware, aus einem Gewebe oder sonst einem Fasergut (Baumwolle oder Wolle) bestehen; sie kann in Schlauchform auf den Wickelkörper aufgezogen oder aus einzelnen Streifen zusammengenäht oder sonstwie auf dem Wickelkörper befestigt sein.

Fig. 590 zeigt im Längsschnitt ein Ausführungsbeispiel des Erfindungsgegenstandes. *a* ist eine den eigentlichen Wickelkörper bildende ungelochte Hohlspule, *b* eine auf sie aufgezogene flüssigkeitsdurchlässige Hülle aus Fasergut und *c* ein auf die Hülle aufgespulter Kunstseidenfaden. Wesentlich ist, daß der Spulenkörper nicht durchbrochen ist, damit die in der Hülle *b* sich sammelnde Flüssigkeit, statt radial abzuziehen, im Stoff der Hülle selbst zum Abzug abgelenkt und in axialer Richtung nach den Enden der Spule hin abgeleitet wird.

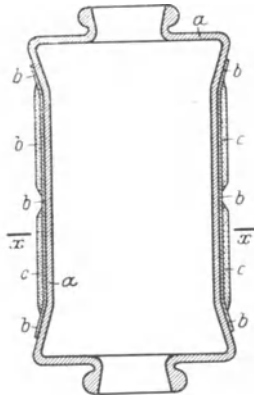


Fig. 590.

Patentanspruch: Wickelkörper mit flüssigkeitsdurchlässigem Teil zur Aufnahme von Kunstfäden für deren Waschen oder anderweitige Behandlung, dadurch gekennzeichnet, daß der zur Aufnahme der Kunstfäden bestimmte flüssigkeitsdurchlässige Teil (*b*) für die Behandlung des Wickelgutes in Form einer Faserstoffhülle derart auf eine undurchbrochene

Spule (*a*) dicht anschmiegend aufgebracht ist, daß die aus der innersten Wickelschicht austretende Flüssigkeit in der Hülle selbst der Spule entlang nach deren Enden hin abgeleitet wird.

Nach Lehner.

1100. Dr. A. Lehner, Theresienthal b. Arnau, Böhmen. Traggestell für Spinnhülsen.

D.R.P. 363 502 Kl. 29a vom 15. VI. 1921 (gelöscht), (Prior. Tschechoslowakei 17. V. 1921).

Zum Auswaschen der Spinnhülsen, wie sie bei der Herstellung von Viskoseseide verwendet werden, sind Rahmen bekannt, in die Latten eingesetzt werden, auf die eine kleine Anzahl von Hülsen aufgesteckt werden kann. Diese Rahmen werden mit den Hülsen in große Wasserbehälter gestellt, darin ausgewaschen, dann auf Wagen durch Kanaltrockner oder andere Trockenvorrichtungen geführt, wobei die auf den Hülsen befindliche Kunstseide trocknet. Die Rahmen, die bisher in der Technik verwendet werden, tragen jeweils etwa 20–30 Hülsen. Da z. B. in einer Viskoseseidefabrik einige hunderttausend Hülsen ständig im Umlauf sind, werden bisher sehr viele derartige Rahmen benötigt, deren Anschaffung, Unterhaltung und Bedienung hohe Kosten erfordert. Nach der Erfindung ist aus kräftigen Vierkanthölzern 1 (Fig. 591) ein Holzgestell gebildet, das gegen die Mitte der beiden Seitenwände je zwei senkrechte Pfosten 2 trägt. In diese sind Unterzüge 3 einge-

lassen, welche die Hülsentragleisten 4 abstützen. Zu diesem Zwecke sind die Unterzüge 3, wie auch die Tragleisten 4 mit Auskerbungen versehen, die ineinander greifen und dazu dienen, die Tragleisten ohne Annägelung festzuhalten. Auf diese Weise wird eine jede Tragleiste gegen ihre Mitte zu an zwei Stellen abgestützt, während die beiden Enden einer jeden Leiste frei sind. Diese Enden sind mit Auskerbungen 6 versehen. Die beiden Breitseiten des Holzgestelles tragen einen Lattenrahmenverschluß 7. Die Latten dieses Verschlusses sind wiederum mit Auskerbungen versehen derart, daß diese in die Auskerbungen der Tragleisten 4 eingreifen. Durch Vorreiben wird der Lattenverschluß im Gestell festgehalten. Zum Beschicken dieses Washkastens, der auf einem Wagen ruht, werden die zwei seitlichen Lattenverschlüsse 7 abgenommen und die vollen Spinnspulen auf die Tragleisten 4 aufgeschoben. Da eine jede Tragleiste zehn Hülsen aufnehmen kann, und

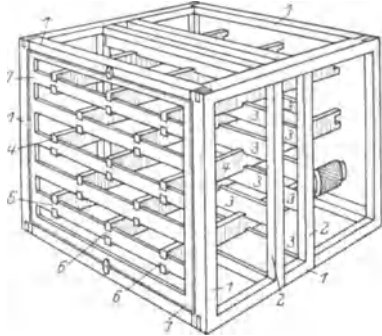


Fig. 591.

da ferner in einem Kasten 100 Tragleisten angeordnet sind, faßt ein Kasten 1000 Hülsen. Nach beendigter Füllung werden die Seitenverschlüsse 7 eingesetzt, der geschlossene Kasten wird zu den Waschbehältern gefahren und mittels eines Laufkranes und einer Belastungsvorrichtung in die Behälter eingesenkt. Nach dem Waschen wird er hochgezogen und auf einem Wagen durch einen Kanaltrockner gefahren. Die getrockneten Hülsen werden dann abgenommen und in bekannter Weise weiter verarbeitet.

Patentanpruch: Traggestell für Spinnhülsen während des gemeinschaftlichen Waschens und Trocknens, gekennzeichnet durch in einem mittels Hebezeugs aufgreifbaren Umfassungsfachwerk (1) reihenweise über- und nebeneinander angeordnete Hülsentragleisten (4), die auf ihren Mittelstrecken lagenweise von je zwei Unterzügen (3) abgestützt werden, die zwischen Pfosten (2) ausgespannt sind und auf den Ein- und Ausladeseiten durch herausnehmbare Einsatzrahmen (7) abgeschlossen werden, deren Zwischenleisten je eine Hülsentragleiste (4) an deren frei tragenden Enden durch Eingreifen in dort vorgesehene Einkerbungen (6) abstützen.

Nach Schülke.

1101. Dr. E. Schülke, Hannover. Vorrichtung zur selbsttätigen Regelung des Einlaufs der Waschflüssigkeiten für Waschzentrifugen zur Herstellung von Kunstfäden.

D.R.P. 367 783 Kl. 29a vom 3. XI. 1920 (gelöscht).

Um einem gemeinsamen Behälter zur Aufnahme des zu bearbeitenden Guts in bestimmter Reihenfolge abwechselnd Flüssigkeiten zuzuführen, besteht die Vorrichtung aus einer Reihe von Ventilen, Hähnen

oder anderen Absperrmitteln, die nebeneinander gesetzt sind und zur Regelung des Zulaufs verschiedener Flüssigkeiten dienen. Das Öffnen oder u. U. Schließen erfolgt zweckmäßig elektromagnetisch, etwa durch einen Elektromagneten oder ein Solenoid, in dessen Kraftlinienfeld sich ein Eisenkern bewegt, das Schließen oder Öffnen erfolgt entweder durch eine Feder oder durch ein Gewicht oder durch eine magnetische Kraft entgegengesetzter Richtung. Die Magneten oder Solenoide treten in Wirkung, wenn sie von Strom durchflossen werden. Der Stromschluß erfolgt durch ein Uhrwerk, das ein schwenkbares Kontaktstück auf einer Scheibe mit darauf verteilten elektrischen Kontakten umlaufen läßt, welche zweckmäßig durch Relais einen Stromschluß auf einen Arbeitsstrom für je eine Ventilschleife übertragen. Die Kontakte auf der Kontaktscheibe sind so gestellt, daß das Kontaktstück auf ihnen mittels einer Schleiffeder oder Bürste schleift; die Leitungen zu den einzelnen Magnetspulen haben zweckmäßig eine gemeinsame Rückleitung und Stromquelle. Auf der Kontaktscheibe können 2 konzentrische Reihen von Kontakten die Öffnung zweier zusammengehöriger Ventile zu verschiedenen Zeiten bewirken, so daß das eine Ventil etwas früher geöffnet wird und u. U. gleichzeitig oder später geschlossen wird. (Zeichnung.)

Nach Linnemann.

1102. Dr. F. Linnemann, Premnitz, Westhavelland. Verfahren und Vorrichtung zum Waschen, Nachbehandeln oder Färben von Kunstfasern in offenen, durchschnittenen Strängen.

D.R.P. 377 346 Kl. 29a vom 2. X. 1920 (gelöscht).

Der Erfindungsgegenstand ergibt sich mit hinreichender Deutlichkeit aus den Patentansprüchen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Waschen, Nachbehandeln oder Färben von Kunstfasern in offenen, durchgeschnittenen Strängen, dadurch gekennzeichnet, daß die auf Garträgern hängenden Stränge bei jedesmaligem Senken völlig untertauchen und dadurch in der Badflüssigkeit einen Auftrieb erleiden, der eine gute Auflockerung und Durchtränkung des Faserguts bis in die Auflagestellen bewirkt, sowie dadurch, daß die Faser durch mechanischen Vorschub nacheinander mit verschiedenen Flüssigkeiten in einer größeren Anzahl von Einzelbädern behandelt wird.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Garträger auf Walzen ruhen, die der Größe des Badelementes angepaßt sind und horizontal auf einem über eine größere Anzahl von gleich großen, hintereinander geschalteten Bädern gleichen oder verschiedenen Inhalts sich erstreckenden, auf- und abwärts beweglichen Rahmen nach einer bestimmten Zahl von Tauchungen in der Hochstellung selbsttätig genau um eine Badlänge vorgeschoben werden.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die bei ihr benutzten, gekröpften Garträger einen unteren, der Auflage dienenden Stab besitzen, der von Hand drehbar ist. (3 Zeichnungen.)

Nach Pinel.**1103. M. J. A. Pinel, Rouen.** Verfahren zum Waschen auf Spulen gewickelter künstlicher Seide.

D.R.P. 399 311 Kl. 29a vom 6. IV. 1923 (Prior. Frankr. 16. VI. 1922); franz. P. 552 983; brit. P. 199 355; österr. P. 97 797.

Durch das vorliegende Verfahren wird ein schnelles und sparsames Waschen der in der Spinnerei entstandenen Kunstseidenspulen bezweckt. Zur Erreichung des angestrebten Zweckes wird die Spule kurz berieselt, dann kurze Zeit ausgeschleudert, und diese beiden Maßnahmen werden so oft wiederholt, bis die Spulen genügend ausgewaschen sind. Es hat sich gezeigt, daß durch das Berieseln und Ausschleudern, Wiederberieseln und Wiederaus-schleudern usw. an Zeit und Waschwasser gespart werden kann. Zweckmäßig bedient man sich einer besonderen Maschine, die ebenfalls den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet. Bei der Ausführung des Verfahrens kann man beispielsweise so vorgehen, daß man die zu waschenden Spulen einige Minuten lang berieselt und hierauf einige Minuten lang ausschleudert und diese Arbeitsweise ungefähr eine Stunde lang fortsetzt. Nach dem letzten Schleudern sind die Spulen in einen

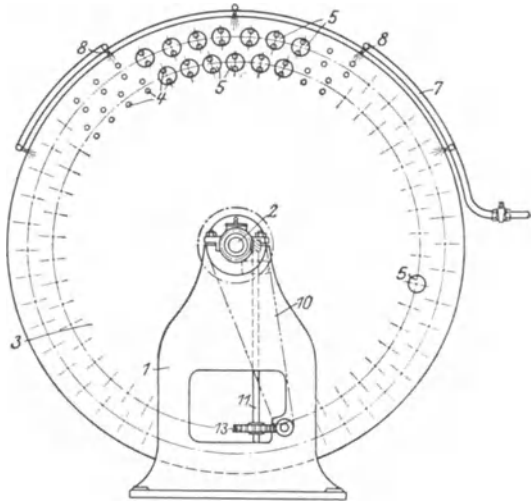


Fig. 592.

Zustand übergeführt, in dem sie schnell und sparsam getrocknet werden können. Die nacheinander angewendeten Zeiten für das Waschen und Ausschleudern können entweder miteinander übereinstimmen oder voneinander abweichen und allmählich verlängert oder verkürzt werden. Das Gleiche gilt auch für Zeitabschnitte, die zwischen jedem Wasch- und Schleudervorgang liegen. Hierin könnte ein dritte Stufe des Verfahrens erblickt werden, deren Dauer mit der Zeitdauer des Waschens und Trocknens entweder übereinstimmen oder größer oder kleiner sein kann.

Die zur Ausübung des Verfahrens dienende Maschine ist in einem Ausführungsbeispiel auf der Zeichnung in Fig. 592 in Seitenansicht und in Fig. 593 in senkrechtem Schnitt dargestellt. Das Gestell 1 (Fig. 592) besitzt eine wagerechte Antriebswelle 2, auf deren einem Ende eine kreisförmige Platte 3 befestigt ist, die an einer oder beiden Oberflächen in der Nähe ihres Umfanges eine, zwei oder mehrere Gruppen von Spulenträgern aufweist. Diese Spulenträger können aus Spindeln 4

bestehen, auf die die Spulen 5 aufgeschoben werden. Um die Spulen 5 auf ihren Spindeln 4 während der Arbeit der Maschine zuverlässig festzuhalten, ist eine Spindel jedes Spindelpaars mit einem beliebigen Verschluss 6 versehen. Dieser Verschluss ermöglicht oder verhindert je nach seiner Einstellung das Herausziehen oder Einführen einer Spule 5. Die umlaufende Scheibe 3 ist teilweise oder vollständig von einem Wasserrohrsystem 7 umgeben, welches an bestimmten Stellen mit Auslaßöffnungen 8 versehen ist, um die auf den Spindeln 4 sitzenden Spulen 5 entweder während der Arbeit der Maschine zu befeuchten, zu welchem Zwecke während dieses Vorganges die Scheibe 3 in ihrer Bewegung

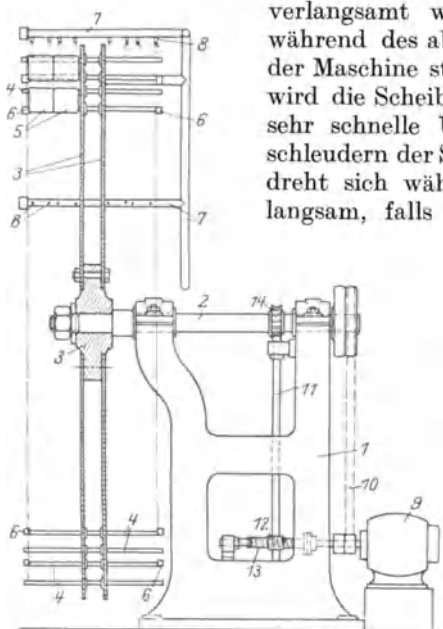


Fig. 593.

verlangsamt wird, oder die Befeuchtung findet während des absatzweise erfolgenden Stillstandes der Maschine statt. Zur Erreichung dieses Zweckes wird die Scheibe 3 durch die Welle 2 entweder in sehr schnelle Umdrehung versetzt, um ein Ausschleudern der Spulen zu bewirken oder die Scheibe dreht sich während des Befeuchtens der Spulen langsam, falls man nicht vorzieht, während der

Befeuchtung die Scheibe vollständig stillzusetzen. Diese Antriebsweise läßt sich durch verschiedene Antriebsmittel bewirken, z. B. kann man einen Elektromotor mit wechselnder Geschwindigkeit verwenden oder kann einen Motor 9 benutzen, der direkt die Welle 2 durch einen Riemen 10 antreibt, wenn die Scheibe mit großer Geschwindigkeit gedreht werden soll, während man den Antrieb unter Vermittlung einer Hilfswelle 11 erfolgen läßt, die ihre Bewegung durch eine Schraube ohne Ende

und ein Schraubenradgetriebe 12, 13 vom Motor 9 herleitet, um die Welle 2 unter Zwischenschaltung von Kegelrädern 14 mit geringer Geschwindigkeit zu drehen. Der Antrieb von der Hilfswelle aus kann unter Zuhilfenahme einer Klinke erfolgen, die ausgeschaltet wird, sobald die Welle durch den Riemen 10 direkt in schnelle Umdrehung versetzt wird. Ein in der Zeichnung nicht dargestellter Rahmen umgibt die Scheibe 3 und die Berieselungsvorrichtung, um das Nachaußenspritzen der Flüssigkeit zu verhindern und die Möglichkeit zu geben, die mitgerissenen Stoffe zum großen Teil wieder zu gewinnen. Die Scheibe 3 wird einige Minuten langsam gedreht, während aus den Düsen 8 Wasser auf die Spulen fließt. Hierauf wird der Wasserzufluß abgesperrt und die Scheibe in schnelle Drehung versetzt, so daß die gewaschenen Spulen ausgeschleudert werden. Nachdem das Trocknen einige Minuten ange dauert hat, wird die Scheibe 3 langsam gedreht, und die Spulen werden

wieder einige Minuten mit Wasser bespritzt. Dieser Vorgang wiederholt sich genügend oft, bis die Spulen vollständig gewaschen und ausgeschleudert sind, was ungefähr 1 Stunde in Anspruch nimmt. Die dabei erforderliche Wassermenge wird auf ein Mindestmaß herabgesetzt. In ähnlicher Weise kann man nach der Berieselung der Spulen die Scheibe eine gewisse Zeit stillsetzen, so daß die Spulen sich vollständig mit dem Waschwasser durchtränken, worauf das Ausschleudern wieder einsetzt. Auf diese Weise wird noch mehr an Flüssigkeit gespart, und ebenso wird auch die Betriebskraft herabgesetzt. Der Behandlungsvorgang dauert ungefähr ebenso lange wie bei der erstgenannten Arbeitsweise.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Waschen auf Spulen gewickelter künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß die aus der Spinnerei kommenden Spulen wiederholt abwechselnd einem Berieseln und Ausschleudern von kurzer Dauer unterworfen werden.

2. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen am Umfang eines Rades (3) von großem Durchmesser befestigt sind, das eine Antriebsvorrichtung für langsame Drehung für das Berieseln und für schnellere Drehung für das Ausschleudern hat, wobei das Rad auf einem Teil seines Umfangs von einer Berieselungsleitung (7) und auf seinem ganzen Umfange von einer Hülle umgeben ist, die die ausgeschleuderte Flüssigkeit aufammelt.

Nach Kämpf.

1104. Dr. A. Kämpf, Premnitz. Verfahren zum fortlaufenden Waschen und Nachbehandeln von Kunstfasersträhnen.

D.R.P.399 666 Kl. 29a vom 20.IV.1919 (gelöscht); brit. P.156 508; schweiz. P.111 758.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Waschen von Kunstfasersträhnen, bei dem jeder Strahn über eine sich drehende Walze so geleitet wird, daß der untere Strahnteil frei in die Behandlungsflüssigkeit eintaucht. Das Neue des Verfahrens beruht im wesentlichen darin, daß die endlosen Strähne beim Umlaufen über die sich drehenden Walzen durch das darunterliegende Bad mit einer solchen Geschwindigkeit gezogen werden, daß die im Bad aufgenommene Flüssigkeitsmenge während des Luftweges des aus der Flüssigkeit aufsteigenden Strahnteils möglichst vollkommen abgegeben wird. Der Strahn führt in seinem aufsteigenden Ast die aus dem Bade aufgenommene Flüssigkeit praktisch nahe bis an den Scheitel der Walze mit, wo die abquetschende Wirkung, die durch das Eigengewicht des Strahnes auf die Umzugswalze ausgeübt wird, ein Zurückfließen der Flüssigkeit auf den aufsteigenden Ast verursacht, während wesentliche Mengen der Flüssigkeit auf den absteigenden Ast jenseits der Walze nicht gelangen. Das Abquetschen der Flüssigkeit durch besondere Quetschwalzen ist wegen der besonderen Empfindlichkeit des Faserguts nicht angängig. Die erzielte Wirkung beruht darauf, daß der nur mit seinem unteren Ende in das Bad eintauchende Strahn die Flüssigkeit dochtartig mit nach oben nimmt, wo sie abgequetscht wird und schleierartig über den aufsteigenden Ast

mit der von ihm nach oben beförderten Flüssigkeit zurückfließt. Das zeigt sich auch schon rein äußerlich in der Weise, daß der aufsteigende Ast straff aussieht, während der absteigende Ast gekräuselt oder gewellt sich darbietet, woraus ohne weiteres zu entnehmen ist, daß er sozusagen trocken oder flüssigkeitsarm ist. Er kann infolgedessen wiederum Flüssigkeit aufnehmen, insbesondere, weil er sich beim Auftreffen auf den Flüssigkeitsspiegel staucht und dadurch gelockert wird und der Flüssigkeit reichlich Gelegenheit zum Eintreten in das gelockerte Faserbündel darbietet. Andererseits bewirkt die über den aufsteigenden Ast zurückströmende Flüssigkeit eine Parallellagerung der einzelnen Faserelemente, so daß ein Verwirren des Fasergebildes verhindert wird. Wenn das Auswaschen von Kunstseide auf Spulen im strömenden Wasser Tage und die von ruhend hängenden Stapelfaserzöpfen mittels starker Wassertraufe Stunden dauert, soll die gleiche Wirkung mittels der vorliegenden Erfindung in Minuten erzielt werden.

Patentanspruch: Verfahren zum fortlaufenden Waschen und Nachbehandeln von Kunstfasersträhnen, dadurch gekennzeichnet, daß die von umlaufenden Walzen herabhängenden Strähne derart durch das darunter befindliche Bad geführt werden, daß die Waschflüssigkeit von dem aufsteigenden Strahn etwa bis zur Walze mitgenommen wird und an ihm wieder zurückfließt, so daß auf den absteigenden Strahnteil wesentliche Mengen strömender Flüssigkeit nicht gelangen.

1105. Dr. A. Kämpf, Premnitz. Verfahren und Vorrichtung zum Nachbehandeln auf Spulen befindlicher Kunstseide, Roßhaar, Bändchen u. dgl.

D.R.P. 414 868 Kl. 29a vom 4. VII. 1924; brit. P. 233 268; franz. P. 589 608.

Beim Nachbehandeln von Spulen mit aufgespulter Kunstseide usw. ergibt sich der Übelstand, daß das Spinngut durch den Einfluß der Wasch- oder sonstigen Nachbehandlungsflüssigkeit ganz oder teilweise abgeschwemmt, verfilzt usw. wird, und es sind auch schon besonders ausgebildete Garnspulen bekannt geworden, die den Übelstand beseitigen sollen.

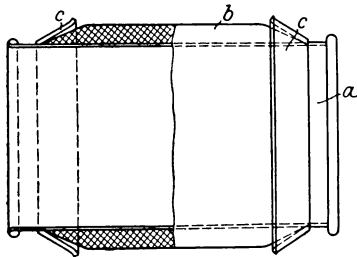


Fig. 594.

Die Erfindung betrifft ein einfaches Verfahren zur Vermeidung dieser Mißstände. Es besteht darin, daß auf die Spulen vor der Nachbehandlung des aufgespulten Gutes an den beiden Enden elastische Ringe aufgezogen werden, die an beide Seiten des aufgespulten Gutes zu liegen kommen.

In Fig. 594 ist eine Ausführungsform der Erfindung beispielsweise im Aufriß und Schnitt dargestellt. Auf der üblichen Spule *a* befindet sich das Fasergut *b*, zwischen dem Fasergut und dem Spulenende sind auf beiden Seiten die Ringe *c* aufgesetzt, die zweckmäßig aus elastischem Stoff bestehen und nach innen geklappt werden können. Will man das Umklappen der Ringe, also deren Neigung gegen

das Fasergut sichern, so kann man es dadurch erreichen, daß man den inneren Durchmesser des Ringes etwas kleiner hält als den äußeren Durchmesser der leeren Spule.

Patentaussprüche: I. Verfahren zum Nachbehandeln auf Spulen befindlicher Kunstseide, Roßhaar, Bändchen u. dgl., dadurch gekennzeichnet, daß vor Beginn der Nachbehandlung an beide Seiten des Arbeitsgutes elastische Flachringe (z. B. aus Gummi) angelegt werden.

2. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch I, bestehend in elastischen, auf die Spule aufsteckbaren Flachringen (z. B. aus Gummi), deren innerer Durchmesser kleiner ist als der äußere Durchmesser der Spule.

Nach Herminghaus & Co. G. m. b. H.

1106. Herminghaus & Co. G. m. b. H., Elberfeld. Verfahren und Vorrichtung zum Waschen aufgespulter Kunstseidenfäden.

D.R.P. 385 077 Kl. 29a vom 18. VIII. 1921.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Waschen von Kunstseide, nach welcher den auf untereinander angeordneten Spulen aufgewickelten Fäden die Berieselungsflüssigkeit tropfenförmig und verteilt zugeführt wird. Die Ausnutzung der Waschflüssigkeit bedingt es, daß eine große Anzahl von Spulen untereinander angeordnet gewaschen wird. Wäscht man nun mit warmer Flüssigkeit, so ergibt sich der Übelstand, daß die Flüssigkeit die unteren Spulen mit einer nicht unerheblich niedrigeren Temperatur als die oberen erreicht. Im Interesse der Wäsche liegt es jedoch, je nach der Art der Kunstseide und der Art der aus ihr zu entfernenden Verunreinigungen, daß die Spulen mit Flüssigkeit möglichst gleicher Temperatur gewaschen werden, oder daß sogar die untersten, gegebenenfalls frisch aufgelegten, also noch kalten Spulen mit einer Flüssigkeit gewaschen werden, deren Temperatur höher ist als die der oben aufgegebenen Flüssigkeit. Auch wenn die obersten Spulen mit kalter Flüssigkeit berieselt werden, kann das Anwärmen der Berieselungsflüssigkeit für die unteren Spulen erfolgen.

Es hat sich nun gezeigt, daß man diese Wirkung dadurch erreichen kann, daß man die Auffang- oder Verteilerrinnen entweder sämtlich oder einzelne von ihnen anwärmt, so daß die Flüssigkeit wieder auf die ursprüngliche oder sogar höhere Temperatur gebracht wird. Dieses Anwärmen läßt sich z. B. dadurch bewirken, daß man die Auffangvorrichtungen mit Wärmeschlangen oder ähnlichen Vorrichtungen versieht, oder indem man die Auffangwannen und Verteilungsvorrichtungen doppelwandig ausführt und durch den geschlossenen Raum Dampf oder warmes Wasser strömen läßt. Man hat es dann in der Hand, die den einzelnen Spulen zugeführte Flüssigkeit verschieden hoch je nach Bedarf zu erwärmen. Das Anwärmen der Berieselungsflüssigkeit kann auch dadurch bewirkt werden, daß dem herabrieselnden Wasser entgegen ein warmer Luft- oder Dampfstrom geführt wird. Gerade die Verwendung eines Dampfstromes hat unter Umständen je nach Art der Kunstseide und der Art der Verunreinigungen besonderen Wert durch

die Verminderung des Zutritts von Luftsauerstoff. Zudem lassen sich mit diesen entgegenströmenden Dämpfen die gasförmigen Verunreinigungen aus der Spule oder Seide besser entfernen. Auch die Verwendung anderer Gase, welche chemisch auf die Kunstseide oder auf die ihr anhaftenden Verunreinigungen einwirken, ist auf diese Weise leicht möglich. Als Beispiel sei die Verwendung eines Luft- oder Dampfstromes, welcher Ammoniakdämpfe enthält, angeführt. Schließlich kann man auch der Waschflüssigkeit selbst Stoffe zufügen, welche das Waschen erleichtern oder die Kunstseide günstig beeinflussen. Man kann auch durch Anbringung besonderer Verteilungsvorrichtungen die Zusammensetzung der den einzelnen Spulen zugeführten Waschflüssigkeit je nach Bedarf ändern.

Das Waschen der Kunstseide kann schon dadurch erleichtert werden, daß das Waschwasser mehr oder minder vollständig enthärtet wird, so daß also Alkalisalze statt der Erdalkalisalze im rohen Wasser nebst einem Überschuß von Alkali verwendet werden. Ferner kommt in Frage der Zusatz von Türkischrotöl, Glycerin oder sonstigen Stoffen, welche die Befeuchtung der gewaschenen und getrockneten Spinnspulen erleichtern, dann der Zusatz von Ameisensäure zur Beseitigung des Ge-

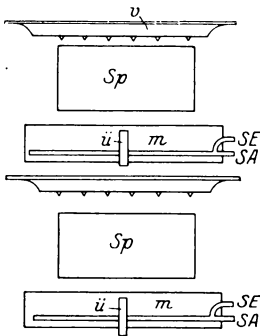


Fig. 595.

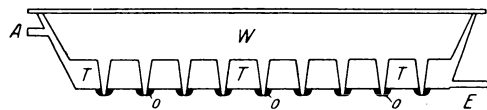


Fig. 596.

ruchs und zur Aufhebung der Ausscheidung der Erdalkalisalze, die Verwendung von Natriumsulfit unter gleichen Gesichtspunkten unter gleichzeitiger schwacher Alkaliwirkung, die Verwendung von ganz verdünntem Spinnbad zur Berieselung der unteren, eben der Spinnmaschine entnommenen stark sauren Spulen. Ein Teil dieser Zusätze kommt zweckmäßig nicht auf alle Spulen, sondern nur auf den unteren oder oberen zur Verwendung.

In Fig. 595 ist eine zur Ausführung des Verfahrens geeignete Vorrichtung dargestellt. Es bedeutet *v* die Verteilerrinnen mit Tropfnasen für die Waschflüssigkeit, *Sp* die zu waschenden Spulen, *m* ist der Sammelbehälter zum Wiederanwärmen oder Abkühlen der Waschflüssigkeit; er ist mit einem Überlaufrohr *ü* sowie mit einem Schlangeneintrittsrohr *SE* und Austrittsrohr *SA* zum Temperieren der Waschflüssigkeit versehen.

In Fig. 596 stellt *W* den Raum für die Waschflüssigkeit, *T* den Raum für das Temperierungsmittel dar. *E* ist das Eintrittsrohr für das Temperierungsmittel, *A* das Austrittsrohr, *O* sind die Tropfnasen.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Waschen aufgespulter Kunstseidefäden, bei welchen den auf untereinander angeordneten Spulen

aufgewickelten Fäden die Berieselungsflüssigkeit tropfenförmig und verteilt zugeführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß die Abkühlung der auf die auf untereinander angeordnete Spulen gewickelten Fäden auftropfenden Berieselungsflüssigkeit während des Tropfens von den oberen zu den unteren Spulen dadurch vermieden wird, daß die Berieselungsflüssigkeit gleichen Wärmegrad oder in der Richtung von den oberen zu den unteren Spulen sogar steigenden Wärmegrad erhält.

2. Verfahren zum Waschen von Kunstseide nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Auffang- oder Verteilerrinnen angewärmt werden, und zwar entweder sämtlich oder einzeln.

3. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Auffang- und gegebenenfalls auch die Verteilungsvorrichtungen mittels Wärmeschlangen erwärmt, oder daß die Vorrichtungen doppelwandig ausgeführt werden und durch den geschlossenen Raum Dampf oder warmes Wasser strömt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem herabrieselnden Wasser ein warmer Luft- oder Dampfstrom entgegengeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß dem Luft- oder Dampfstrom Stoffe zugefügt werden, welche chemisch auf die Kunstseide oder die ihr anhaftenden Verunreinigungen einwirken, wie beispielsweise Ammoniak.

6. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Zusammensetzung der den einzelnen Spulen zugeführten Waschflüssigkeit durch Anbringen besonderer Verteilungsvorrichtungen geändert wird.

1107. Herminghaus & Co. G. m. b. H., Elberfeld. Vorrichtung zum Waschen aufgespulter Kunstseidenfäden.

D.R.P. 391 290 Kl. 29a vom 26. IV. 1921.

In der Kunstseidenindustrie ergibt sich die Notwendigkeit, auf Spulen aufgerollte Fäden von anhaftenden Verunreinigungen oder schädlichen Chemikalien zu befreien. Das geschieht in der Regel in der Weise, daß man durch die in große Waschtröge für sich oder mittels Rahmen eingeschichteten Spulen Wasser durchfließen läßt. Die Waschzeit für diese Spulen beträgt in der Praxis etwa 6 Tage. Der Platz, welcher für eine solche Wäsche verbraucht wird, ist erheblich. Die Spulenzahl ist außerordentlich groß. Das Verfahren erfordert ferner große Mengen Wasser und schließlich wird das aufgespulte Material unnötig lange der eigentlichen Verarbeitung entzogen. Man hat nun bereits vorgeschlagen, auf große Glasspulen aufgespulte Kunstseide durch Berieselung zu waschen. Bei diesem Verfahren sind aber durch die schwer regelbare Fallwirkung der Tropfen Verletzungen des Materials nicht ausgeschlossen.

Die Erfindung beseitigt nun diesen Nachteil dadurch, daß Spulen von kleinem Durchmesser und kleiner Länge verwendet und die Berieselung derart vorgenommen wird, daß die abtropfende Flüssigkeit immer wieder neu verteilt und gegebenenfalls durch besondere Auffangvor-

richtungen den unteren Spulen zugeführt wird. Praktisch arbeitet man derart, daß die Waschflüssigkeit den oberen Spulen durch eine Tropfvorrichtung zugeführt wird und zwischen den Spulen weitere Tropfvorrichtungen angeordnet sind, welche die abtropfende Flüssigkeit sammeln und auf die unteren Spulen in Tropfen gleichmäßig verteilen. Bei dieser Arbeitsweise wird jede Verletzung des Materials ausgeschlossen, da die Tropfen eine verhältnismäßig geringe Fallhöhe haben. Außerdem geht das Waschen gleichmäßig vor sich, weil man die Menge der abtropfenden Flüssigkeit wunschgemäß regeln kann. Es gelingt auf diese Weise, daß besponnene Spulen von verhältnismäßig kleinem Durchmesser und kleiner Länge in einer Zeit von unter 12 Stunden durch Berieselung mit Wasser oder verdünnten Chemikalien vollständig von den Verunreinigungen und schädlichen Chemikalien befreit werden.

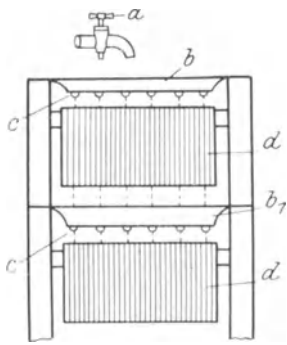


Fig. 597.

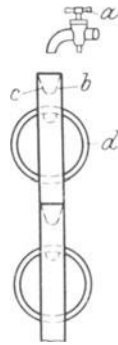


Fig. 598.

Erhöhte Temperatur der Flüssigkeit wirkt oft beschleunigend. Zweckmäßig ist die Berieselungsvorrichtung derart beschaffen, daß ein Auffallen der Flüssigkeit im Strahl vermieden wird. Beispielsweise führt man die Berieselungsflüssigkeit der ersten Spule durch eine gelochte Mulde zu, fängt die von der ersten Spule abtropfende Flüssigkeit in einer entsprechenden Berieselungsvorrichtung auf, läßt dann auf die nächste Spule auftropfen und so fort. Die Berieselungsflüssigkeit

ist dadurch leicht an allen Stellen auf Tropfen einzustellen. Die zwischengeordneten Berieselungsvorrichtungen kürzen durch gleichmäßiges Verteilen der Tropfen die Waschzeit ab. Es hat sich nämlich gezeigt, daß eine strahlförmige Berieselung zur Verwirrung der aufgespulten Fäden Anlaß gibt, da es schwer zu vermeiden ist, daß das Wasser, wenn auch in schwachen Strahlen, auf die Spule auftrifft.

Je nach der Bespinnung der Spule und Art oder Temperatur der Berieselungsflüssigkeit können die reingewaschenen Spulen entfernt und die noch nicht vollständig ausgewaschenen Spulen nach oben befördert werden, so daß auch im Gegenstrom gewaschen werden kann.

Die Zeichnung stellt eine zur Ausführung geeignete Vorrichtung dar, und zwar ist Fig. 597 ein Schnitt, Fig. 598 eine Seitenansicht. *a* stellt den Flüssigkeitshahn, durch den die Waschflüssigkeit eingeführt wird, *b* die Tropfrinne, *c* die Tropfnase und *d* die Spule mit Gespinnst dar. Die bei dem Verfahren verwendeten Spulen haben zweckmäßig einen Durchmesser von etwa 12 cm oder darunter und eine Länge von 20 cm oder darunter.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Waschen aufgespulter Kunstseidefäden durch Berieseln übereinander angeordneter Spulen, dadurch gekennzeichnet, daß unter Verwendung von Spulen von kleinem Durch-

messer und kleiner Länge die Waschflüssigkeit den oberen Spulen durch eine Tropfvorrichtung b zugeführt wird und zwischen den Spulen d weitere Tropfvorrichtungen b_1 angeordnet sind, die die abtropfende Flüssigkeit sammeln und auf die unteren Spulen in Tropfen gleichmäßig verteilen.

Nach Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation.

1108. Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin-Treptow. Verfahren zum Auswaschen von Fällbadrückständen aus gespulter Kunstseide.

D.R.P. 416 008 Kl. 29b vom 13. III. 1923; österr. P. 99 927; schweiz. P. 107 583; brit. P. 212 911; franz. P. 577 099; Ver. St. Amer. P. 1 553 252 (H. Lummerzheim).

Die gespulte Kunstseide wird zur Entfernung des Fällbades bis zur neutralen Reaktion gewaschen. Das geschah bisher nach drei Verfahren. Nach dem ersten setzte man die Spule in fließendes oder von Zeit zu Zeit erneuertes Wasser. Ein solches Waschen erfordert 6—8 Tage, je nach Art der Spule, der Wicklung und der Menge des Faser-gutes. Durch die lange Einwirkung des Wassers büßte der fertige Faden an Festigkeit ein. Nach dem zweiten Verfahren erfolgt das Waschen durch systematisches Berieseln. Auch dies erfüllt die Hoffnungen nicht vollständig, weil es stets vorkommt, daß man auf unvollständig ausgewaschene Spulen stößt, die beim Trocknen Schaden leiden. Die Einwirkung des Wassers auf die Spulen ist oft nicht gleichmäßig. Nach diesem Verfahren kann im großen überdies nur mit einem großen Überschuß an Wasser und aufgewendeter Waschzeit ein befriedigendes Ergebnis erhalten werden. Das dritte Verfahren ist die sog. Druckwässerung, die auf dem gleichen Grundsatz beruht wie die Spulen- und Kopsbleicherei und -färberei. Hier wird zwar an Waschzeit gespart, doch sind Unregelmäßigkeiten im Waschen und damit Schädigungen der Spulen schwer zu vermeiden. Wenn auch der Wasserdruck des zugeführten Waschwassers überall gleich ist, so sind doch die Spulen nicht gleich dicht gewickelt und bieten dem Wasser verschiedenen Widerstand.

Die genannten Übelstände lassen sich dadurch beseitigen, daß man die Druckwässerung oder die Berieselung mit dem Waschen in fließendem oder zeitweise erneuertem Wasser vereinigt. Man unterzieht die Spulen auf geeigneten transportablen Aufsteckvorrichtungen einer Vorwäsche durch Berieseln oder durch Durchpumpen von Wasser und stellt dann das ganze Gestell in Bottiche, wo man mit fließendem oder periodisch wechselndem Wasser die Waschung zu Ende führt. Diese Nachwaschung verlangt noch, je nach der Gründlichkeit der Vorwaschung, 12—48 Stunden. Man erreicht bei kürzerer Waschzeit dadurch ein völlig gleichmäßiges Auswaschen, und es ist jede Schädigung des Fadens ausgeschlossen. Man kann den Wasserverbrauch verringern, indem das Wasser der Nachwaschung, die natürlich auch warm erfolgen kann, für die Vorwaschung verwendet wird. Man braucht bei ordnungsmäßigem Arbeiten derart wenig Waschwasser, daß man darin die Säure so anreichern kann, daß dieses saure Wasser zur Bereitung des Fällbades mit Vorteil zu verwenden ist.

Patentanspruch: Verfahren zum Auswaschen von Fällbadrückständen aus gespulter Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß man nach einer Vorwaschung durch Berieseln oder Durchpressen von Flüssigkeit eine Nachwaschung in fließendem oder von Zeit zu Zeit erneuertem Wasser folgen läßt.

1109. Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation, Berlin. Vorrichtung zur Herstellung von Fäden, Zentrifuge zur Behandlung von Stoffen.

Brit. P. 225 559 vom 26. XI. 1924 (Prior. Deutschl. 30. XI. 1923); franz. P. 589 852.

Die auf Spulen aufgewickelte Kunstseide wird dadurch gewaschen, daß in das Innere der bewickelten Spule Waschflüssigkeit eingeleitet wird, während die Spule in Umdrehung versetzt wird. Die Spule hat eine gelochte Wandung und der Dorn, auf den sie aufgesteckt ist, ist ebenfalls gelocht und gestattet der Waschflüssigkeit den Durchtritt. Wird der Faden von der in Umdrehung versetzten Spule abgewickelt, so wird er gezwirnt und gelangt durch Fadenführer zu einem Haspel, der u. U. in einem Bade zur weiteren Behandlung (Bleichen, Färben) umläuft. (Zeichnung.)

Nach Kaufmann und Sinkwitz.

1110. W. Kaufmann, Dresden, und R. Sinkwitz, Pirna. Verfahren und Vorrichtung zum Waschen, Zwirnen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide.

D.R.P. 420 967 Kl. 29a vom 26. XI. 1922; brit. P. 207 502; schweiz. P. 106 750; Ver. St. Amer. 1 547 621.

Es ist vorgeschlagen, die ungedrehten Viskosefäden ohne Vorbehandlung unmittelbar von den Spinnspulen in einem Arbeitsgang zu verzwirnen und auf Haspel aufzuwinden, auf welchen sie in üblicher Weise gewaschen und weiterbehandelt werden¹⁾. Die Ausübung dieses Verfahrens begegnet Schwierigkeiten, weil die geringe Festigkeit des frischgefällten, von seinen chemischen Verunreinigungen noch nicht befreiten sauren Fadens zu häufigen Fadenbrüchen beim Zwirnen Anlaß gibt und ein vollständiges Abzwirnen der Spinnspulen nicht zuläßt und die Ursache davon ist, daß bedeutende Rückstände ungezwirnt auf den Spulen bleiben. Diese Nachteile werden dadurch verursacht, daß beim Umlaufen der Spule die den Fäden anhaftende Feuchtigkeit herausgeschleudert wird und daß die den Fäden noch anhaftenden Salze kristallisieren.

Gemäß der Erfindung wird das Verfahren in der Weise ausgeführt, daß die ungereinigte, auf die Zwirnschindel gesteckte Spinnspule durch unmittelbare Befeuchtung der Spule während des Umlaufens soweit ausgewaschen wird, daß die Fäden gezwirnt, gehaspelt und in diesem Zustande, d. h. in Strangform, weiter behandelt werden können. Bei genügend starker und wirksamer Befeuchtung der umlaufenden Spinnspule wird dem Trocknen der Fäden und dem Kristallisieren der zurück-

¹⁾ Siehe S. 571.

bleibenden Salze entgegengewirkt und werden die Fäden vor dem Verzwirnen bereits so stark ausgewaschen, daß sie beim Abziehen nicht brechen, sich leichter von der Spule ablösen und die Spule vollständig abgezwirnt werden kann. Zur Ausführung des Verfahrens dient eine mit einem Haspel verbundene Zwirnvorrichtung, bei welcher eine Anfeuchtvorrichtung, z. B. ein Flüssigkeitszerstäuber, derart angeordnet ist, daß die umlaufende Spule unmittelbar benetzt wird, z. B. in der zerstäubten Flüssigkeit umläuft.

Patentansprüche: 1. Verfahren zum Waschen, Zwirnen und Haspeln von aufgespulter Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß die auf die Zwirnschmelze gesteckten ungereinigten Spinnspulen während ihrer Umdrehung unmittelbar benetzt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die umlaufenden ungereinigten Spinnspulen mit zerstäubter Flüssigkeit unmittelbar benetzt werden.

3. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2, gekennzeichnet durch die Anordnung eines Flüssigkeitszerstäubers derart, daß die Zwirnschmelze unmittelbar in der zerstäubten Flüssigkeit umläuft. (2 Zeichnungen.)

Nach J. P. Bemberg A.-G.

1111. J. P. Bemberg A. G., Barmen-Rittershausen. Verbesserungen an Apparaten zur Behandlung von Kunstseidengarn.

Brit. P. 216 422 vom 19. IX. 1923.

Um beim Waschen und Nachbehandeln von Kunstseidesträngen Handarbeit möglichst auszuschalten, erfolgt das Durchführen der auf Walzen aufgehängten Stränge durch die hintereinander angeordneten Bäder vollkommen mechanisch. Die Bäder befinden sich in paarweise angeordneten Kufen, zwischen denen sich Pfosten befinden, die die Träger für die Walzen mit den Strängen aufnehmen. Die Träger werden alle durch eine gemeinsame Welle bewegt, und dadurch werden die Stränge in der einen und der entgegengesetzten Richtung umgezogen. Durch ein Hebezeug, welches über alle Kufen weggeht, werden die Walzensträger für jedes Kufenpaar, z. B. 2×7 , vom ersten bis zum letzten Behandlungsbad durch die Vorrichtung durchgeführt. (3 Zeichnungen.)

Nach Kohorn & Co. und Ropposch.

1112. Fa. O. Kohorn & Co., Chemnitz, und H. Ropposch, Berlin. Vorrichtung zum Waschen, insbesondere mit Kunstseide besponnener oder bewickelter Spulen.

D.R.P. 420 695 Kl. 8a vom 9. III. 1924.

Bekannt sind Vorrichtungen zum Waschen bewickelter Spulen, durch die die Waschflüssigkeit von außen nach innen hindurchgesaugt wird. Bekannt sind ferner Textilgutträger, die in die Flottenleitung so eingeschaltet und in den Flottenzu- oder -ableitungen durch einseitiges Anpressen mittels Spindel und Handrad so abgedichtet werden, daß

die Behandlungsflotte unter Anschluß an Absaugvorrichtungen, Vakuumapparate od. dgl. abgesaugt werden kann.

Von diesem Bekannten unterscheidet sich die Vorrichtung im wesentlichen durch die Anordnung von zwei, das durchlochte Spulenrohr zwischen sich aufnehmende Absaugvorrichtungen, die mit nach voll-

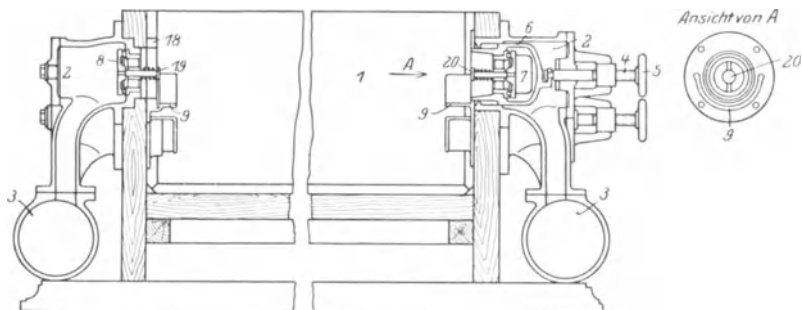


Fig. 599.

zogener Arbeitsleistung durch Zurückführung eines durch eine Spindel bewegten Druckstückes selbsttätig schließenden Ventilen versehen sind. Die Öffnung dieser Ventile zwecks Vakuumeinwirkung auf die Spulen erfolgt durch auf dem Spulenrohr angeordnete Nasenstege, während die Befestigung und Abdichtung des Spulenrohres zwischen den Absaugvorrichtungen unter Mitwirkung von Spulenringen durch Sonder-

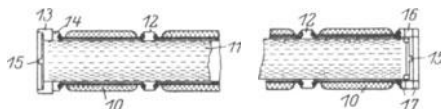


Fig. 600.

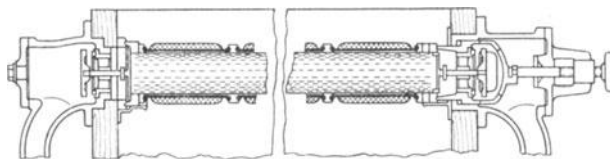


Fig. 601.

ringe und Flansch des Spulenrohres bewirkt wird. Der Vorteil der Vorrichtung ist neben der Zeitersparnis durch das Schnellwaschen die erzielte äußerst günstige Beeinflussung auf die Güte der Kunstseide. Auch sind die Kosten der Herstellung gegenüber den bisherigen Einrichtungen durch die Vereinfachung der Armaturen erheblich geringer, wie auch bei der Benutzung der Einrichtung ein verminderter Wasserverbrauch, Raumersparnis und bequemes schnelles Auswechseln der Spulen von großem Vorteil ist.

Fig. 599 zeigt einen Querschnitt, Fig. 600 mehrere zusammengesetzte Bobinen, Fig. 601 veranschaulicht die Vorrichtung in Arbeits-

stellung mit angepreßtem Rohr und geöffnetem Ventil. An den Längsseiten eines entsprechend der Anzahl der zu waschenden Bobinen längeren oder kürzeren Kastens 1 sind mit Absaugerohr 3 verbundene und unter Vakuum stehende Absaugeapparate 2 angeordnet. Der Absaugeapparat 2 auf der rechten Seite wird mittels einer Spindel 4 mit Handrad 5 für das Druckstück 6 und dessen federbelastetes Ventil 7 betätigt, während der Absaugeapparat 2 links das federbelastete Ventil 8 besitzt. Beide Absaugeapparate sind mit einer Mulde 9 versehen, die je auf Mitte Ventil sitzt. Die zu waschenden Bobinen 10 (Fig. 600) sind auf ein durchlochstes Rohr 11 derart aufgeschoben, daß zwischen jede Bobine je ein Gummiring 12 zu sitzen kommt, um die Bobinen luftdicht abzuschließen. Am linken Ende des Rohres ist hinter dem mit dem Rohr fest verbundenen Flansch 13 ebenfalls ein Gummiring 14 angebracht und trägt Flansch 13 einen Steg mit Nase 15. Auf das rechte Ende des Rohres 11 wird ein Ring 16, der beiderseits ebenfalls Gummidichtungen 17 trägt, aufgeschoben und auch hier ein Steg mit Nase 15 mit Rohr 11 fest verbunden.

Die Wirkungsweise ist folgende: Nachdem die zu waschenden Bobinen auf das Rohr 11 aufgesteckt und mit Gummiringen abgedichtet sind, wird das Rohr in die Mulde 9 rechts und links des Kastens von oben eingelegt. Durch geringe Drehung der Spindel 4 mit Handrad 5 schiebt sich das Druckstück 6 gegen den Gummiring 17 des Ringes 16 und drückt die Bobinen gegen die Zwischengummiringe 12 und im weiteren Verfolg gegen den Gummiring 14 des Flansches 13, der seinerseits sich in den Gummiring 18 drückt und gleichzeitig das Rohr mitnimmt, da er mit diesem fest verbunden ist. Dadurch ist eine feste Abdichtung der Bobinen und eine Befestigung des Rohres gleichzeitig gesichert. Beim Andrücken des Rohres 11 oder dessen Flansches 13 drückt gleichzeitig die Nase 15 des Steges gegen die Spindel 19 des Ventiles 8, öffnet es und setzt den Raum innerhalb des Rohres unter Vakuum. Derselbe Vorgang vollzieht sich am Ventil 7 auf der rechten Seite beim Anziehen der Gewindespindel dadurch, daß das im Druckstück 6 sitzende Ventil 7 mitbewegt wird und die Führungsspindel 20 gegen die Nase 15 des Steges drückt, wodurch das Ventil geöffnet wird. Rohr 11 ist mithin gleichzeitig von beiden Seiten unter Vakuum gesetzt. Sobald die Bobinen genügend durchgewaschen sind, wird das Druckstück 6 mittels Spindel 4 zurückgezogen, die Ventile 7 und 8 schließen selbsttätig, das Rohr 11 wird aus den Mulden 9 ausgehoben und die Spulen können getrocknet werden.

Patentanspruch: Vorrichtung zum Waschen, insbesondere mit Kunstseide besponnener oder bewickelter Spulen, durch die die Waschflüssigkeit von außen nach innen hindurchgesaugt wird, gekennzeichnet durch zwei das durchlochte Spulenrohr (11) auf Mulden (9) zwischen sich aufnehmende Absaugevorrichtungen (2), die mit nach vollzogener Arbeitsleistung durch Zurückführung eines durch eine Spindel (4) bewegten Druckstückes (6) selbsttätig schließenden Ventilen (7, 8) versehen sind, deren Öffnung zwecks Vakuumeinwirkung auf die Spulen mittels Nasenstege (15) des Spulenrohres (11) erfolgt, während die Befestigung

und Abdichtung des Spulenrohres an bzw. zwischen den Absaugvorrichtungen (2) durch Ringe (16) und (17) sowie Flansch (13) des Spulenrohres (11) unter Mitwirkung von Spulenringen (14) bewirkt wird.

Nach Borzykowski.

1113. B. Borzykowski, Neuilly-sur-Seine. Vorrichtung zum Waschen aufgespulter Kunstseide.

Brit. P. 239 482 vom 9. IV. 1925 (Prior. 2. IX. 1924).

Die Kunstseide ist auf gelochte Spulen aufgewickelt, die oben und unten verschlossen sind. Durch den einen Verschuß geht eine zu einer Saugleitung führende Röhre. Durch sie wird Waschflüssigkeit durch die Spulenwicklung gesaugt. Setzt man mehrere Spulen übereinander, so werden sie durch durchbohrte, nach außen abdichtende Verschußscheiben miteinander verbunden. (Zeichnungen.)

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

1114. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Schnelltrokkenverfahren für frisch gefällte Zellulosefäden.

D.R.P. 312 393 Kl. 29b vom 27. XI. 1918; brit. P. 170 608 vom 23. IV. 1920; schweiz. P. 94 413; franz. P. 514 461 (E. Bronnert); österr. P. 91 348; Ver. St. Amer. P. 1 437 491.

Bekanntlich besteht ein großer Unterschied in der Trockendauer eines frischgefällten Zellulosefadens und eines, der nach dem ersten Trocknen erneut mit Wasser durchtränkt und unter sonst gleichen Bedingungen getrocknet wird. Das liegt daran, daß das Wasser aus dem einmal fest gewordenen Kunstseidefaden viel rascher herausdiffundiert als aus dem kolloiden Gebilde, wie es der frisch gefällte Faden vorstellt, oder gar erst aus dem Gebilde, welches sich bei fortschreitender Trocknung dem festen Körper nähert. Der Diffusionswiderstand des frischen Fadens, der das Wasser von der Oberfläche fernhält und der Kapillarwiderstand des sich dem festen Aggregatzustand nähernden Fadens wirken in gleichem Sinne verzögernd. Es wird aber die das Wasser an die Oberfläche des Fadens treibende Kraft wachsen, je größer die Feuchtigkeitsdifferenz ist zwischen der Oberfläche des Fadens und dem Fadeninnern. Je rascher daher ständig der Fadenoberfläche das Wasser entzogen wird, je trockner sie gehalten wird, je rascher erfolgt die Verdampfung des im Faden enthaltenen Wassers. Die ungenügende Beachtung dieser Überlegungen hat unter anderem Veranlassung gegeben zu den bisher ganz unökonomischen und langsam arbeitenden Trockeneinrichtungen für solche Fäden, die zumeist auf Glaswalzen, Pappspulen od. dgl. in verhältnismäßig dünnen Schichten aufgewickelt und in etwa 60° warmen Räumen aufgestapelt waren. Wohl hatte man daran gedacht, die Aufstapelung in verschiedenen Kammern vorzunehmen und die aus einer Kammer austretende durch die Wasserverdampfung abgekühlte Luft durch erneutes Erhitzen zur weiteren Verdampfung und Aufnahme von Wasser in einer folgenden Kammer weiter nutzbar zu machen, auch das Gegenstromprinzip war angewendet worden, aber das Trocknen dauerte tagelang und war unökonomisch. Das Zögern,

andere Wege zu suchen, ist darauf zurückzuführen, daß der weiche Faden sich rasch verfärbte und braun wurde, wenn er zu nahe an einem Heizkörper gestanden hatte. Man folgerte daraus, daß das weiche Gebilde eine höhere Temperatur nicht vertrage, während nach heutigen Ermittlungen die Schuld wohl nur an ungenügend rascher Verdampfung liegt. Eine etwas raschere Verdampfung ergab sich wohl, wenn man die Gebilde nach Patentschrift 121 430¹⁾, ähnlich wie man das mit anderen reichlich Wasser haltenden Gebilden zu tun pflegt, mit kochendem Wasser oder unter 4—5 Atm. mit strömendem Dampf behandelte, aber der Gewinn an Zeit lohnte den Aufwand nicht.

Erst die Massenproduktion solcher Fäden in neuerer Zeit als sog. Stapelfaser, Wollersatz, Neuschappe u. dgl. trieb erneut dazu, nach besseren Trockenverfahren auf Grund gründlicher neuer Überlegungen zu suchen. Überraschenderweise ergaben Versuche mit 100—130°C und mehr heißer Luft, daß man es ganz in der Hand hat, beliebig rasch zu trocknen, und daß die gefürchtete Bräunung nicht auftritt, wenn man die Luft oder gegen Zellulose noch indifferentere Gase nach dem Gegenstromprinzip in Wechselkammern, z. B. von Kanalform, den Fadenmassen entgegenführt und peinlichst dafür sorgt, daß der Luftstrom in möglichst innige Berührung mit den Fäden kommt. Zweckmäßig erhitzt man die aus der Kammer austretende, infolge Abgabe von Verdampfungswärme in der Temperatur gesunkene und bei der betreffenden Einstelltemperatur mit Wasser voll gesättigte Luft durch Winderhitzer wieder auf hohe Temperatur, ehe man sie zu weiterer Verdampfungsarbeit und Sättigung in eine neue Kammer eintreten läßt. Die Abmessung der Kammern und die Grenze der Ausnutzung der Luft errechnet man aus fachmännischen Überlegungen. Es beträgt in der ersten Kammer z. B. die Einstellungstemperatur bei Verwendung von 100°C heißer Luft etwa 35°. Das Kubikmeter Luft, das von 100° auf 35° in der Temperatur sank, gab $65 \times 0,30 = 19,5$ Wärmeeinheiten ab, andererseits vermag Luft, die schon normal 10 g Wasser im Kubikmeter enthielt, bei voller Sättigung bei 35° noch weitere $42 - 10 = 32$ g Wasser aufzunehmen, wobei wiederum $0,032 \times 600 = 19,2$ Wärmeeinheiten verbraucht werden durften. Genaue Messungen geben volle Übereinstimmung mit dem rechnerischen Ergebnis. Bemerkenswert ist, daß die Faser bei dieser Intensivtrocknung keinerlei merkliche Festigkeitsschwächungen erfährt, wenn die Faser gut gewaschen und die heiße Luft im thermischen Gleichgewicht war.

Patentanspruch: Schnelltrockenverfahren für frisch gefällte Zellulosefäden, darin bestehend, daß die Fäden, zweckmäßig nach dem Prinzip des Gegenstroms, einem 100—130°C und mehr heißen, mehr oder weniger starken und im thermischen Gleichgewicht befindlichen Strom von Luft oder gegen Zellulose indifferenten Gasen in tunlichster Verteilung ausgesetzt werden.

Eine Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens ist in der brit. Patentschrift abgebildet.

¹⁾ Siehe S. 350.

Nach Dreaper.**1115. W. P. Dreaper, London. Verfahren zum Trocknen von Kunstseide in Strahnform.**

D.R.P. 394 448 Kl. 29a vom 12. I. 1922 (Prior. Engl. 19. I. 1921); brit. P. 181 758; schweiz. P. 100 444; Ver. St. Amer. P. 1 515 556.

Bei dem üblichen Verfahren zum Fertigmachen künstlicher Seide in Strahnform werden die Strähne gewöhnlich zuerst in gestreckter Lage vorgetrocknet, dann chemisch behandelt und hierauf ein zweites Mal getrocknet, indem man sie auf Stäbe hängt und der Einwirkung eines schwachen Heißluftstromes unterwirft. Die Fäden behalten bei Ausführung dieses Verfahrens eine gewisse Starrheit und Geschlossenheit, die sie während des Trocknens unter Zug beim ersten Trocknen erlangt haben. Sie besitzen infolgedessen nur geringe Deckkraft, die erheblich geringer ist als die Deckkraft natürlicher Seide.

Diesen Mängeln soll gemäß der Erfindung dadurch abgeholfen werden, daß die frisch gefällten Fäden, nachdem sie unter Spannung zunächst

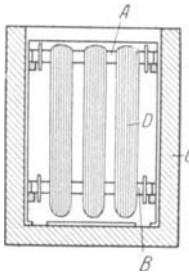


Fig. 602.

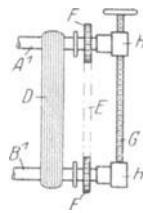


Fig. 603.

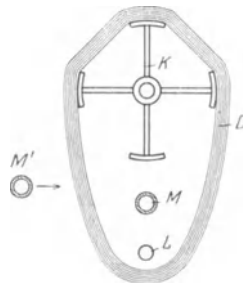


Fig. 604.

hinreichend vorgetrocknet worden sind, bei der Nachtrocknung so aufgehängt werden, daß sie eine begrenzte Bewegungsfreiheit haben, und so der Einwirkung eines Heißluftstromes unterworfen werden. Die Fäden werden hierdurch aufgeschlossen, locker und weich. Die Mittel, durch welche die begrenzte Beweglichkeit der Strähne erreicht wird, können verschiedene sein. So können beispielsweise die Strähne lose von zwei Stangen *A*, *B* (Fig. 602) getragen werden, die übereinander in geeigneter Entfernung voneinander in einem Luftkanal *C* angeordnet sind. Während sich die Strähne in dieser Lage befinden, werden sie dem Heißluftstrom ausgesetzt. Dasselbe Resultat wird erzielt, wenn man die Tragstangen *A*¹, *B*¹ für die Strähne beispielsweise durch eine Kette *E* und Kettenräder *F*, *F* (Fig. 603) in Drehung versetzt. Die Stangen *A*¹, *B*¹ können aber auch gegen Ende des Vortrocknens oder in irgendeinem anderen Stadium des Trocknens einander genähert und damit die Strähne entspannt werden.

Derselbe Erfolg kann weiter auch erzielt werden, wenn man den Strahn *D* auf einem im Querschnitt kreisförmigen Strahnhalter *K* (Fig. 604) von etwa dem halben Umfange des Strahnes aufhängt. Das untere herabhängende Ende des Strahnes kann lose in seiner Lage

durch eine Stange L von geeignetem Durchmesser gehalten werden, während der Strahn durch Drehung des Strahnhalters langsam gedreht und durch den Luftstrom bewegt wird. Der Luftstrom kann entweder von einem zentralen Rohr M geliefert werden, welches sich gerade unter dem Strahnhaspel befindet, und auf die Innenseite des Strahnes einwirken oder er kann mittels eines Rohres M' gegen die Außenseite des Strahnes oder gegen beide Seiten gerichtet werden.

Patentanpruch: Verfahren zum Trocknen von Kunstseide in Strahnform, dadurch gekennzeichnet, daß die Strähne zunächst unter Spannung vorgetrocknet und dann bei einer begrenzten Bewegungsfreiheit zum Zwecke des Fertigtrocknens einem Heißluftstrom (von mindestens 3—5 m pro Sekunde) ausgesetzt werden.

Die Patentschrift enthält 2 weitere Zeichnungen.

Nach Converse.

1116. L. S. Converse, Wilmington, Del. (Atlas Powder Company, Wilmington). Verfahren zur Herstellung von Kunstseidefäden oder anderen Zellulosefasern.

Ver. St. Amer. P. 1 482 386 vom 5. II. 1924, angem. 21. III. 1923.

Die aus den Fällbädern kommende künstliche Seide (Viskose-, Kupferoxydammoniak- oder Nitroseide) wird in feuchtem Zustande stark abgekühlt, so daß das vorhandene Wasser erstarrt. Das erstarrte Wasser wird, so weit möglich, mechanisch entfernt. Durch diese Behandlung wird die zum Trocknen erforderliche Zeit verkürzt und ein Erzeugnis von höherem Glanz erhalten als nach den bekannten Verfahren.

Nach Schröder.

1117. Dr. R. Schröder, Berlin. Verfahren zur Entfernung der Knötchen von Kunstseide.

D.R.P. 397 857 Kl. 29a vom 5. VII. 1921.

Unter den verschiedenen Arten von Kunstseide ist die aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose hergestellte Kunstseide wegen ihrer vielen wertvollen Eigenschaften besonders geschätzt. Jeder einzelne Faden besteht dabei aus 80—150 feinen Kapillarfäden, welche aus einer Spinnbrause mit verhältnismäßig weiten Öffnungen in eine Fällflüssigkeit austreten und durch Streckung zu Fäden von außerordentlicher Feinheit ausgezogen werden. Je stärker die Fäden dabei gestreckt werden, desto feiner und wertvoller ist die daraus gewonnene Seide. Andererseits ist es bei Anwendung hoher Streckspannung unvermeidlich, daß hin und wieder ein einzelner Kapillarfaden zerreißt. Das in der Spinnbrause hängende Kapillarfadenende schrumpft dann infolge Aufhörens der äußeren Streckspannung zu einem dicken Kopf zusammen, welcher eine harte, verdickte Stelle im fertigen Faden hervorruft. Diese bei der Herstellung kaum vermeidlichen, verdickten und verhärteten Stellen machen den Faden borstig und infolgedessen die daraus hergestellte Ware minderwertig. Dazu kommt noch, daß sie bei der Verarbeitung der Fäden auf dem Web- oder Strickstuhl unan-

genehme Schwierigkeiten bereiten, indem sie leicht Fadenbrüche oder ein Herabfallen der Maschen beim Strickstuhl verursachen und dadurch Fehler in der fertigen Ware hervorrufen, welche deren Wert noch weiter beeinträchtigen.

Zweck der vorliegenden Erfindung ist es, diese Verdickungen aus der Kunstseide zu entfernen und dadurch deren Verarbeitung auf Textilmaschinen zu erleichtern. Dieser Zweck wird dadurch erreicht, daß die Kunstseidenstränge in feuchtem Zustande durch ruckweises Spannen und Entspannen in Schwingung versetzt werden, so daß durch die bei diesen Schwingungen auftretenden Beschleunigungskräfte die Verdickungen selbsttätig aus den Fadenbündeln herausgeschleudert werden und abreißen. Es empfiehlt sich, zu der Ausübung des Verfahrens

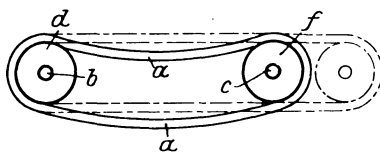


Fig. 605.

eine Vorrichtung zu verwenden, bei welcher die feuchten Garnstränge nicht nur in der beschriebenen Weise gestreckt, sondern gleichzeitig getrocknet werden. Dadurch wird erreicht, daß für die Behandlung kein besonderer Zeitaufwand erforderlich ist, sondern daß die Behandlung

während des Trocknens geschieht, wobei gleichzeitig die Fäden durch die Streckung geglättet sowie weicher und seidenartiger gemacht werden.

In Fig. 605 ist *a* der feuchte Kunstseidenstrang, welcher lose über zwei, um Zapfen *b*, *c* drehbare Rollen *d*, *f* geführt ist. Diese Rollen werden von Zeit zu Zeit in die strichpunktiert dargestellte Lage ausinandergeschnellt, so daß der lose hängende Strang gespannt und in Schwingungen versetzt wird. Aus den jeweils in der Nähe der auftretenden Schwingungsbäuche liegenden Strangteilen werden dadurch die in den schwingenden Teilen liegenden Verdickungen selbsttätig herausgeschleudert und reißen von dem dünnen Kapillarfädchenende ab. Durch Drehung der Rollen *d*, *f* läßt sich der Garnstrang leicht absatzweise so verschieben, daß nacheinander alle Strangteile an die Schwingungsteile gelangen und von den Verdickungen befreit werden. Wird die vorbeschriebene Streckeinrichtung mit einer Trockeneinrichtung vereinigt, z. B. indem der gezeichnete Rollensatz während seiner Bewegung durch eine Trockenkammer geführt wird, so können die noch feucht aus den verschiedenen Bädern kommenden Kunstseidenstränge gleich während der unvermeidlichen Trocknung in der vorbeschriebenen Weise behandelt und dadurch veredelt werden, ohne daß ein besonderer Zeitaufwand hierfür erforderlich ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Entfernung der bei der Kunstseidenherstellung nach dem Streckspinnverfahren durch das Reißen von Kapillarfäden entstehenden Verdickungen oder Knötchen, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdickungen oder Knötchen aus der aus den verschiedenen Spinnbädern kommenden Kunstseide herausgeschleudert werden, indem diese in noch feuchtem Zustande in Strängenform um ein Rollenpaar gelegt und letzteres in an sich bekannter Weise ruck-

weise mehrmals auseinander bewegt und schrittweise derart gedreht wird, daß alle Teile des Strahnes nacheinander der Wirkung unterworfen werden, wobei die Kunstseide während der Drehung auf den Streckwalzen getrocknet wird.

Weitere Nachbehandlung von Kunstfäden, Wasserfestmachen, Pergamentieren, Entglänzen, Undurchsichtigmachen, Beschweren, Appretieren, Kräuseln, Mercerisieren, Vorbehandeln für das Spinnen.

Nach Bardy.

1118. Bardy. Verfahren, die Widerstandsfähigkeit von Zellulosefäden aller Art gegen Wasser zu erhöhen.

Franz. P. 313 464.

Das Verfahren besteht darin, daß die Fäden mit Schwefelsäure, die mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt ist und auf 15—20° C gehalten wird, pergamentiert werden. (Monit. scientif., choix de brevets, 1903, S. 57.)

Nach Eschaliel.

1119. X. Eschaliel, Villeurbanne. Verfahren zur Erhöhung der Festigkeit von Kunstfäden und ähnlichen Gebilden.

D.R.P. 197 965 Kl. 29b vom 16. XI. 1906 (Verein. Glanzstoff-Fabriken A.-G.), (gelöscht); österr. P. 40 067; franz. P. 374 724 mit Zus. 8122; brit. P. 25 647¹⁹⁰⁶.

Zu diesem Zwecke hat man bereits versucht, Formaldehyd zu verwenden, dessen erhärtende Wirkung auf Gelatine seit langem bekannt war. Diese Versuche haben aber zu einem befriedigenden Ergebnis nicht geführt. Um eine bemerkenswerte Erhöhung der Festigkeit von Kunstfäden zu bewirken, vor allem in feuchtem Zustande, muß man die Aldehyde auf die Fäden unter besonderen Bedingungen wirken lassen, die der Erfindung gemäß darin bestehen, daß man die Fäden mit einer Lösung tränkt, die gleichzeitig einen Aldehyd, insbesondere Formaldehyd oder dessen Polymere, und eine Säure oder sonstige sauer reagierende Stoffe enthält, darauf die Fäden in einem trocken gehaltenen Raum, gegebenenfalls bei erhöhter Temperatur, austrocknet und sie schließlich durch Waschen von den ihnen anhaftenden Teilen der Tränkungsmitel befreit.

I. Kunstseide oder ähnliche Gebilde werden zunächst mit einem Bade von folgender Zusammensetzung durchtränkt: Formaldehyd, käufliche 40% ige Lösung 5—25 T., 80% ige käufliche Milchsäure 5—15 T., Wasser 90—60 T. Darauf werden sie in einen geschlossenen Behälter gebracht, der u. U. luftleer gemacht werden kann und in dem Gefäße mit trockenem oder geschmolzenem Chlorkalzium oder konzentrierter Schwefelsäure aufgestellt sind. Der Behälter wird alsdann ungefähr 4—5 Stunden lang auf etwa 40—50° C erwärmt, worauf man erkalten läßt. Die Temperatur und die Zeitdauer der Erhitzung können in weiten Grenzen verändert werden. Man kann das Verfahren sogar bei gewöhnlicher Zimmertemperatur ausführen. Es dauert dann aber entsprechend

länger. Die Gebilde werden schließlich mit Wasser gewaschen und getrocknet. Kunstseide aus nitrierter Zellulose erfordert geringere Mengen der Reagenzien als solche aus wäßrigen Zelluloselösungen. Mit dem Austrocknen kann man auch bei etwa 30°C beginnen, hierauf während 5–6 Stunden auf 40–50°C gehen und dann erkalten lassen. Man bewirkt hierdurch eine gleichmäßigere Verteilung der Tränkungs-mittel auf den Fäden od. dgl. Auch kann man die Fäden od. dgl. auf drehbare Vorrichtungen bringen, die man während der ganzen Dauer des Verfahrens oder wenigstens während des Trocknens in Bewegung erhält.

II. Man benutzt als Bad eine Lösung von folgender Zusammen-
setzung: Formaldehyd in 40% iger käuflicher Lösung 5–20 T., Chrom-
alaun oder Aluminiumalaun 5–15 T., Wasser 90–65 T. Die zur Ver-
wendung kommenden Alaune können Natrium-, Kalium- oder Ammoniak-
salze sein. Im übrigen wird das Verfahren, wie unter I. angegeben,
durchgeführt, jedoch werden die Fasern od. dgl. zunächst in angesäuertem
und erst dann in reinem Wasser gewaschen und schließlich getrocknet.
Für Fäden aus Nitrozelluloselösungen wurden die besten Ergebnisse
mit folgendem Bade erreicht: 40% iger Formaldehyd 10 T., Chromalaun
(violett) 10 T., Wasser 80 T.

III. Man erhält sehr gute Ergebnisse, wenn man die beiden vor-
stehenden Verfahren vereinigt und die Kunstseide oder die zu behandeln-
den Stoffe in folgendem Bade tränkt: 40% ige käufliche Formaldehyd-
lösung 5–20 T., Aluminiumalaun 2–10 T., 80% ige käufliche Milchsäure
2–10 T., Wasser 91–60 T. Für Viskoseseide eignet sich folgende
Lösung: 40% ige Formaldehydlösung 15 T., gewöhnlicher Kalialaun
5 T., 80% ige Milchsäure 5 T., Wasser 75 T.

IV. Anstatt die Säure unmittelbar dem Bade zuzusetzen, kann
man sie auch während des Arbeitsganges entstehen lassen, indem man
dem Bade z. B. ein Oxydationsmittel in solcher Menge hinzufügt, daß
ein Teil des Aldehyds in die entsprechende Säure übergeführt wird, und
zwar u. a. auf folgende Weise:

Die Kunstseide od. dgl. wird mit einer wäßrigen Formaldehyd-
lösung durchtränkt, die 5–20% Aldehyd enthält. Man bringt sie dann
bei Gegenwart wasserentziehender Stoffe in den verschlossenen Behälter
und leitet in diesen so viel Ozon ein, daß ein Teil des Formaldehyds in
Ameisensäure übergeführt wird. Nach der Säurebildung kann man er-
wärmen, um die Wirkung des Bades zu erhöhen. Verwendet man kon-
zentrierte Schwefelsäure als wasseraufnehmendes Mittel, so kann man
das Ozon auch im Behälter selbst erzeugen, indem man der Schwefelsäure
Bariumsuperoxyd zusetzt. Anstatt des Wassers kann man bei vorliegen-
dem Verfahren jedes andere Lösungsmittel benutzen, das keine schäd-
liche Einwirkung auf die zu behandelnden Gebilde ausübt, z. B. Alkohol,
Aceton, Glycerin od. dgl.

Patentanspruch: Verfahren zur Erhöhung der Festigkeit von
Kunstfäden und ähnlichen Gebilden, besonders in feuchtem Zustande,
dadurch gekennzeichnet, daß die erstarrten oder vollkommen fertigen,
aus Zellulose in üblicher Weise gewonnenen Fäden oder die aus diesen

hergestellten Gewebe mit einer einen Aldehyd, insbesondere Formaldehyd, und eine Säure oder sonstige sauer reagierende Stoffe, z. B. Salze, Ester, enthaltenden Lösung getränkt werden, und diese Lösung auf den Gebilden in einem trocken gehaltenen Raume, gegebenenfalls bei erhöhter Temperatur, zum Eintrocknen gebracht wird, worauf der den Fäden anhaftende Teil des Tränkungsmittels durch Spülen mit nötigenfalls angesäuertem Wasser entfernt wird, und die Gebilde in üblicher Weise fertiggestellt werden.

Das franz. P. 374 724 erwähnt auch die Behandlung von Gebilden aus Eiweißstoffen.

1120. Derselbe Erfinder führt in dem
österreich. P. 40 080

aus: Man erzielt zwar eine etwas geringere Erhöhung der Festigkeit als nach dem Verfahren des Patentes 40 067, dafür kommt aber die erste Trocknung und die dafür erforderliche besondere Einrichtung in Fortfall. Zu diesem Zwecke läßt man auf die Zellulosefäden einen Aldehyd und eine Säure oder einen wasserentziehenden Stoff gleichzeitig oder nacheinander einwirken, alsdann wäscht man die Fäden in noch feuchtem Zustande, um sie von den Reagenzien zu befreien, und trocknet sie schließlich endgültig. Man erhält die besten Ergebnisse bei Benutzung von Essigsäure.

Bei Bearbeitung von Viskosefäden kann man auch Paraldehyd statt Formaldehyd benutzen, indem man folgendermaßen verfährt: Die Fäden werden mit dem gleichen Gewicht von Paraldehyd durchtränkt, hierauf in eine Lösung von Chlorzink 60° Bé getaucht, die durch Zusatz von Zinkoxyd bis zur Sättigung basisch gemacht ist, $\frac{1}{2}$ Stunde in diesem kalten Bade gelassen, dann gewaschen und getrocknet.

1121. X. Eschalièr. Verfahren zur Verstärkung von Zellulose- und Albuminkörpern.

Franz. P. 9904, Zus. z. franz. P. 374 724.

Aldehyd und Säure oder wasserentziehendes Mittel brauchen nicht gleichzeitig zur Einwirkung zu gelangen, man kann sie auch nacheinander in beliebiger Reihenfolge anwenden. Auch kann das Waschen und Trocknen vor oder nach der Einwirkung jedes Stoffs oder der Mischung vorgenommen werden. Es werden fertige Kunstseidefäden oder solche vor dem letzten Trocknen mit Säure imprägniert, z. B. mit einer Lösung von Milchsäure und Alaun, die so bemessen ist, daß auf dem Faden 5–6% seines Gewichts an Säure und ebensoviel Alaun zurückbleiben. Die feuchten, ganz oder teilweise getrockneten Fäden werden in ein geschlossenes Gefäß gebracht, in dem sich ein wasserentziehendes Mittel, z. B. Schwefelsäure, befindet und auf 50–60° C erhitzt. Durch eine Öffnung in der Wand des Behälters werden Formaldehyddämpfe eingeblasen, und zwar die von 10–25 T. 40% iger Formaldehydlösung auf 100 T. Fäden. Die Öffnung wird dann verschlossen und das Erhitzen 5–6 Stunden fortgesetzt. Danach wird gründlich gewaschen und getrocknet.

1122. X. Eschaliér. Verfahren zur Verstärkung von Zellulose- und Albuminkörpern.

Franz. P. 10 760, Zus. z. franz. P. 374 724.

Im Hauptpatent¹⁾ sind Alkohol, Aceton, Glycerin usw. als Lösung- und Verdünnungsmittel für die auf die Fäden zur Einwirkung zu bringenden Chemikalien genannt. Diese Stoffe eignen sich nun sowohl für die Behandlung der Fäden mit den Verstärkungsmitteln in Bädern wie auch durch Eintrocknenlassen. Besonders vorteilhaft ist Aceton, das ohne wasserentziehendes Mittel eine ebenso gute, wenn nicht bessere Wirkung gibt als die gemeinsame Verwendung von Aldehyd, Säurelösung und wasserentziehendem Mittel. Man bringt trockene Kunstseide z. B. in ein Bad aus 150—200 Gewichtsteilen Aceton, 5—20 Gewichtsteilen Formaldehydlösung 40% und 0,50—0,15 Gewichtsteilen Schwefelsäure 66° Bé oder Salzsäure 23° Bé auf 10 T. Fäden. Man taucht die Fäden vollständig ein und hält das Bad unter Rückfluß 3—5 Stunden im Kochen. Dann tut man die Fäden in Wasser, wäscht und trocknet. Für das Färben werden die Fäden mit ätzalkalischer Hypochloritlösung behandelt. Statt Schwefel- oder Salzsäure können alle Säuren verwendet werden, die weder die verwendeten Chemikalien noch die Fäden schädlich beeinflussen.

Die Eschaliérschen Verfahren sind als „Sthenoseverfahren“, die danach behandelte Seide als „Sthenoseseide“ bezeichnet worden.

Nach Karplus.**1123. Dr. H. Karplus, Frankfurt a. M.** Verfahren zur Erhöhung der Festigkeit, insbesondere der Naßfestigkeit von Kunstseide, Stapelfaser und von aus ihnen hergestellten Geweben.

D.R.P. 382 086 Kl. 8h vom 3. II. 1920.

Die nach den üblichen Herstellungsverfahren gewonnenen Kunstseidenarten haben den Nachteil, in angefeuchtetem Zustande eine sehr geringe Festigkeit zu besitzen. Unter den die Beseitigung dieses Übelstandes anstrebenden Vorschlägen sind die Verfahren von Eschaliér, welche die erhärtende Wirkung von Aldehyden, insbesondere Formaldehyd, nutzbar zu machen suchen, bekannt geworden (s. vorstehend!). Eschaliér lehrt, daß mit Formaldehyd nur dann befriedigende Ergebnisse zu erzielen seien, wenn man ihn unter ganz bestimmten Bedingungen auf Kunstseide einwirken lasse. Diese Bedingungen bestehen im wesentlichen darin, daß die Kunstseide mit Formaldehyd, dem Säuren oder sonstige sauer reagierende Stoffe zugesetzt sind, behandelt und wasserentziehenden Maßnahmen unterworfen wird, z. B. derart, daß die von anhaftender Flüssigkeit befreiten Gebilde in einem geschlossenen, zweckmäßig luftleer gemachten Behälter, in welchem Gefäße mit Chlorkalzium oder konzentrierter Schwefelsäure aufgestellt sind, allmählich auf Temperaturen von etwa 40—50° C erwärmt werden. Auf diese Weise gelingt es, eine Erhöhung der Naßfestigkeit auf den doppelten Betrag und mehr zu erzielen.

¹⁾ Siehe S. 959.

Es wurde nun die Beobachtung gemacht, daß mit Bezug auf die Erhöhung der Naßfestigkeit gleich gute Ergebnisse wie nach dem Eschalierschen Verfahren und daneben noch andere Vorteile erreicht werden können, wenn man unter Verzicht auf den von Eschaliervorgeschriebenen Zusatz von Säure oder anderen sauren oder wasserentziehenden Stoffen Kunstseide, Stapelfaser oder aus ihnen hergestellte Gewebe mit Aldehyden, insbesondere wäßrigen Lösungen von Formaldehyd, behandelt und diese dann zwecks Ingangbringung der Reaktion zwischen den Aldehyden und Kunstseidegebilden ohne besondere Vorsichtsmaßregeln erhitzt. Durch einfaches Erhitzen der mit Formaldehyd vorbehandelten Gebilde auf z. B. Temperaturen von 100–160° kann hierbei schon in 1–2 Stunden eine Erhöhung der Naßfestigkeit auf das zwei- bis dreifache des Anfangsbetrages erreicht werden. Man kann die Erhitzung auch in einer Atmosphäre inerte Gase, wie z. B. Wasserstoff, Stickstoff u. dgl., vornehmen; diese Maßnahme ist jedoch nicht erforderlich. An Stelle der Tränkung mit Aldehyden können die Kunstseidegebilde auch der Einwirkung von Aldehyddämpfen ausgesetzt werden. Hierbei hat man den Vorteil, die Aldehydbehandlung und die Erhitzung auch gleichzeitig vornehmen zu können.

Gegenüber dem bekannten Verfahren bedeutet das vorliegende eine Vereinfachung und Verbilligung. Der von Eschaliervorgeschriebene erhebliche Zusatz von Säure oder sauer reagierenden Chemikalien kommt in Wegfall; ebenso erübrigt sich der von Eschaliervorgeschriebene, auf der Mitwirkung von Chemikalien oder Vakuum beruhende umständliche Wasserentziehungsprozeß und die hierfür erforderlichen Apparaturen. Vergleichende Versuche haben ergeben, daß mit Bezug auf Naßfestigkeit gleich gute, ja mitunter auch bessere Ergebnisse erzielt werden, als nach Eschaliervorgeschriebenem. Daneben bietet das Verfahren noch den Vorteil größerer Sicherheit und Zuverlässigkeit mit Bezug auf Durchführung und Ergebnisse. Ein bekannter Nachteil der früheren Verfahren besteht z. B. darin, daß der Verfestigungsvorgang bei verschiedenen Arten von künstlicher Seide verschieden verläuft, und zwar nicht nur verschieden bei Nitro-, Viskoseseide und Glanzstoff; auch bei Seiden desselben Fabrikationsprozesses zeigen sich oft Unterschiede, die immer erneutes Probieren und eine stets neue Einstellung der Arbeitsbedingungen nötig machen. Das vorliegende Verfahren besitzt gegenüber der Verschiedenheit der zu behandelnden Kunstseidensorten eine größere Unabhängigkeit, so daß die einmal eingestellten Arbeitsbedingungen in der Regel beibehalten werden können.

Während Eschaliervorgeschrieben den Zusatz von Säuren oder wasserentziehenden Stoffen als unerläßliche Vorbedingung für den Erfolg vorschreibt, wurde weiterhin gefunden, daß bei Einhaltung vorliegender Arbeitsvorschriften gute Ergebnisse auch dann erzielt werden können, wenn man Ammoniak oder ähnliche alkalisch reagierende Stoffe den Aldehydbädern, gegebenenfalls sogar bis zu beträchtlicher alkalischer Reaktion, zusetzt, oder im Falle der Behandlung mit Aldehyddämpfen die Kunstseidegebilde vorhergehend mit den alkalischen Stoffen tränkt. Es wurde ferner gefunden, daß es nicht nötig ist, die Aldehydbehandlung

auf fertige Kunstseidefäden oder aus ihnen hergestellte Gewebe anzuwenden. Man kann vielmehr mit Vorteil auch das Verfestigungsverfahren mit der Herstellung der Kunstseide vereinigen, z. B. in der Art, daß man Formaldehyd bereits in den Spinnlösungen oder den Fällbädern oder auch in beiden anwesend sein läßt, oder daß man den das Fällbad verlassenden Faden anschließend durch ein Bad von Formaldehyd führt und auf die zur Verfestigung erforderliche Temperatur erhitzt.

Beispiele. 1. Kunstseide, Stapelfaser oder aus ihnen hergestellte Gewebe werden mit 20% iger Formaldehydlösung getränkt und hierauf in einem Raume, welcher mit überhitztem Dampf geheizt wird, 1—2 Stunden auf 120—145° erhitzt. Die Kunstseidegebilde werden hierauf mit Wasser gewaschen und in bekannter Weise fertiggestellt.

2. Eine Viskosespinnlösung wird durch ein Fällbad, welches außer den üblichen Mengen von Natriumbisulfat auch 10—20% Formaldehyd enthält, zu Fäden koaguliert. Diese werden nicht gewaschen, sondern so wie sie das Fällbad verlassen, zunächst bei Zimmertemperatur getrocknet und anschließend gemäß Ausführungsbeispiel 1 weiterbehandelt.

Es ist bekannt, Aldehyde zu den Spinnlösungen zuzusetzen oder halbfertige Kunstseidegebilde mit Aldehyden zu behandeln¹⁾. Bei vorliegendem Verfahren bewirkt eine solche Zugabe von Aldehyden oder eine solche Behandlung mit Aldehyden jedoch keinerlei Verbesserung der Kunstseidegebilde. Erst durch eine abschließende Erhitzung auf höhere Temperaturen, z. B. von 90—160° in Gegenwart von Aldehyden, werden bei vorliegendem Verfahren die beschriebenen Verbesserungen erzielt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Erhöhung der Festigkeit, insbesondere der Naßfestigkeit von Kunstseide, Stapelfaser und von aus ihnen hergestellten Geweben mit Hilfe von Aldehyden, insbesondere von Formaldehyd, dadurch gekennzeichnet, daß man sie mit Aldehyden, insbesondere wäßrigen Lösungen oder Dämpfen von Formaldehyd, ohne Zusätze außer gegebenenfalls von Ammoniak oder sonstigen alkalisch reagierenden Stoffen behandelt und auf höhere Temperaturen, z. B. 90—160°, erhitzt.

2. Weitere Ausbildung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Aldehyde, insbesondere Formaldehyd, in an sich bekannter Weise bereits während der Herstellung der Kunstseide hinzufügt, z. B. derart, daß man den Aldehyd den Spinnlösungen oder den Fällbädern oder auch beiden zusetzt, oder dadurch, daß man den das Fällbad verlassenden Faden anschließend durch ein Bad von Aldehyden, insbesondere Formaldehyd, führt und dann auf 90—160° erhitzt.

Nach dem

1124. franz. P. 581 460 vom 9. V. 1924 (Prior. Deutschland 11. I. 1924) und dem brit. P. 234 618 vom 5. V. 1924

desselben Erfinders werden Kunstseiden mit Aldehyden, besonders Formaldehyd, und zugleich oder danach mit anorganischen Basen bei

¹⁾ Siehe S. 48.

Temperaturen über 90°, besonders bei 120—170°, behandelt; auch organische Basen sind anwendbar oder Salze, deren basisches Radikal stärker ist als das saure, ferner Ammoniaksalze von Säuren, die stärker sind als Essigsäure und schwächer als Dichloressigsäure.

Nach dem

1125. franz. P. 584 904 vom 26. VIII. 1924 (Prior. Niederlande 14. IX. 1923) von L. A. van Bergen werden Zellulosemassen, auch Kunstfäden, dadurch elastischer, fester und weicher, daß man sie mit Formaldehyd oder anderen Aldehyden in Gegenwart von Alkalien oder alkalisch reagierenden Stoffen bei 90° nicht übersteigender Temperatur behandelt.

Nach Friedrich.

1126. E. W. Friedrich. Verfahren zur Erhöhung der Widerstandsfähigkeit künstlicher Fasern, besonders der Wasserfestigkeit.

Franz. P. 369 957; brit. P. 21 144¹⁹⁰⁶.

Um künstlichen Fasern höhere Festigkeit in feuchtem Zustande zu verleihen, hat man z. B. empfohlen, sie mit wasserentziehenden Mitteln, wie Chlorkalziumlösung, Alkohol usw. zu behandeln¹⁾. Durch diese Mittel wird aber das chemisch gebundene Wasser nicht entfernt. Auch die Behandlung mit überhitztem Wasserdampf führt nicht zum Ziel, gibt dagegen leicht Veranlassung zu Zersetzungen. Man kann nun die Hydro- oder Polyhydrozellulose, die die künstlichen Fasern bildet, in einfache Zellulose verwandeln, die mit Wasser nicht anschwilt und ihre Festigkeit beim Benetzen behält, wenn man stark wasserentziehende Mittel in Form von Dämpfen oder in Gasform wasserfrei bei höheren Temperaturen zur Anwendung bringt. Solche Mittel sind Alkohol, Äther, Schwefelkohlenstoff, Benzol usw. Man behandelt z. B. die trockenen oder mit wasserfreiem Alkohol befeuchteten Fäden in einem Behälter mit den Dämpfen absoluten Alkohols bei 78° C, bis die Alkoholdämpfe aus dem Behälter entweichen. Wird die Temperatur auf 100 bis 150° C erhöht, so wird die Wirkung noch verstärkt. Diese Verfahren liefern Fäden, deren Festigkeit in feuchtem Zustande 60—80% von der in trockenem Zustande beträgt; die Verfahren sind anwendbar für Fäden, die durch Koagulieren aus Kollodium durch Verdunsten erhalten worden sind.

Beim Koagulieren von Fäden kann eine Erhöhung der Festigkeit und besonders der Wasserbeständigkeit dadurch erzielt werden, daß man einen möglichst wasserfreien, besonders von chemisch gebundenem Wasser freien Faden fällt. Man erreicht dies dadurch, daß man dem Koagulierungsbade Kondensationsmittel, nicht nur hygroskopische, sondern wasserentziehende Stoffe zusetzt. Man kann auch das Koagulierungsbad aus solchen Mitteln allein herstellen. Solche Mittel sind Methyl- und Äthylschwefelsäure, Glycerinschwefelsäure oder -phosphor-

¹⁾ Siehe S. 352.

säure, alkoholische Kali- oder Natronlauge, Natriumglyzerinat usw. Die mittels solcher Stoffe gefällten Fäden werden noch widerstandsfähiger, wenn man sie in der oben angegebenen Weise nachbehandelt.

Nach Gebauer.

1127. J. Gebauer, Charlottenburg. Verfahren zur Erhöhung der Elastizität sowie der Festigkeit von künstlichen Fäden, Gespinsten und Geweben aus künstlichen Fäden in feuchtem Zustande.

D.R.P. 232 605 Kl. 29 b vom 10. I. 1908 (gelöscht); franz. P. 403 264; brit. P. 30 510¹⁹⁰⁸.

Die Verwendung von künstlichen Fäden ist bis jetzt wegen ihrer für manche Zwecke nicht genügenden Elastizität und Dehnbarkeit, besonders aber wegen ihrer beim Feuchtwerden stark verminderten Festigkeit beschränkt. Durch das den Gegenstand der Erfindung bildende Verfahren werden diese Übelstände vermindert. Das Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß man Kunstfäden, Gespinste oder Gewebe aus derartigen Fäden unter Zuhilfenahme von Kautschuk erzeugt oder damit behandelt und darauf vulkanisiert. Der Kautschuk kann also entweder der Spinnmasse zugegeben werden oder in Lösung auf die aus den Kapillaren beim Spinnen austretenden Fäden oder auch auf die fertigen Fäden oder die daraus hergestellten Gespinste, Gewebe, Geflechte u. dgl. aufgebracht werden. In allen Fällen aber muß die kautschukhaltige Ware vulkanisiert werden, und zwar am einfachsten nach einem der üblichen Verfahren mit Schwefelchlorür u. dgl. Zu diesem Zwecke kann natürlich der Schwefel in geeigneter Form als solcher oder als Schwefelverbindung dem Kautschuk auch unmittelbar beigelegt werden, wobei sofort sowohl Kautschuk als auch Schwefel enthaltende Produkte erhalten werden, die in üblicher Weise vulkanisiert werden können.

Es ist bekannt, Kautschuk ohne nachträgliches Vulkanisieren bei der Herstellung von Kunstfäden u. dgl. zu benutzen¹⁾. Auf diese Weise gewonnene Produkte weisen indessen mit der Empfindlichkeit des unvulkanisierten Kautschuks verbundene Mängel, wie geringe Lagerfähigkeit, ferner Empfindlichkeit gegen Temperaturschwankungen und gegen die Einflüsse von Luft und Chemikalien auf, Übelstände, die durch das Vulkanisieren beseitigt werden. Dabei werden Elastizität und Festigkeitsfestigkeit der Produkte durch das neue Verfahren in einem Maße erhöht, wie es bisher mit üblichen Imprägnierungsmitteln nicht möglich war.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Erhöhung der Elastizität sowie der Festigkeit von künstlichen Fäden, Gespinsten und Geweben aus künstlichen Fäden in feuchtem Zustande, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden entweder aus kautschukhaltigen Lösungen gesponnen oder beim Spinnen durch Kautschuklösungen hindurchgeführt, oder

¹⁾ Siehe S. I, 29, 31.

aber fertige Fäden, Gespinste oder Gewebe mit Kautschuklösungen nachbehandelt und darauf mit geeigneten Vulkanisierungsmitteln, wie Schwefelchlorür, versetzt und auf übliche Weise vulkanisiert werden.

2. Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Vulkanisierungsmittel den Kautschuklösungen von vornherein beigemischt und in den erhaltenen Produkten in üblicher Weise zur Wirkung gebracht werden.

1128. J. Gebauer, Charlottenburg. Verfahren zur Erhöhung der Elastizität sowie der Festigkeit von künstlichen Fäden, Gespinsten und Geweben aus künstlichen Fäden in feuchtem Zustande.

D.R.P. 235 220 Kl. 29 b vom 10. I. 1908, Zus. z. P. 232 605 (gelöscht); franz. Zusatzp. 11 164/403 264.

Den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet eine weitere Vervollkommnung des Verfahrens des Hauptpatentes (s. vorstehend) in der Weise, daß die in Betracht kommenden Gebilde vor dem Vulkanisieren einer Behandlung mit Albumin, wie Eiweiß oder Blut- oder Pflanzenserum, unterworfen werden, und daß das Albumin durch Dämpfung unter Druck während einer der Stärke der Kunstfäden usw. entsprechenden Zeitdauer, und zwar gleichzeitig mit der Vulkanisierung koaguliert wird. Durch die Mitverwendung des Albumins wird das Verfahren des Hauptpatentes insofern verbessert, als die gleichen Wirkungen mit Kautschuk allein unter Umständen nur bei höherer Temperatur und mit verhältnismäßig viel Schwefel zu erzielen sind, wobei man Gefahr läuft, die Fasern infolge von Bildung von Hartgummi zu verhärten. Auch für das Färben der Fasern ist das neue kombinierte Verfahren von besonderem technischen Werte, weil die Farben besser fixiert werden.

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des durch das Patent 232 605 geschützten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die gemäß dem Verfahren des Hauptpatentes gewonnenen kautschukhaltigen Gebilde vor dem Vulkanisieren mit Albuminlösungen behandelt werden und das Albumin in ihnen gleichzeitig mit der Vulkanisierung koaguliert wird.

Nach Bourgeois, Nieuviarts und de Clercq.

1129. J. Bourgeois, E. Nieuviarts und Ch. de Clercq. Verfahren, um Filme, Häutchen, Fäden usw. aus Chardonnetseide undurchlässig zu machen.

Franz. P. 434 602.

Das Verfahren besteht darin, daß man die zu behandelnden Fäden usw. in einem Bade von Petroleum umlaufen läßt. Das imprägnierte Gut trocknet beim Herauskommen aus dem Bade von selbst und fast sofort. Besonderes Trocknen ist nicht nötig. Man kann dasselbe Ziel auch erreichen durch Zusatz geeigneter Mengen von Petroleum bei der Herstellung der Seide, Filme usw.

Nach Société La Soie artificielle.

1130. Société La Soie artificielle, Paris. Verfahren zur Herstellung eines Einwirkungsproduktes von Trioxymethylen auf Zellulose.

Schweiz. P. 74 231; brit. P. 9196¹⁹¹⁵; franz. P. 477 655.

Gebilde aus Zellulose werden in ihrer Widerstandsfähigkeit gegen Wasser und wässrige Flüssigkeiten dadurch verbessert, daß man sie mit Trioxymethylen in Gegenwart von Eisenchlorid oder einer organischen Säure und u. U. einem wasserentziehenden Mittel, wie Alaun oder Chlorkalzium, behandelt. Man behandelt z. B. mit Formaldehyd und Eisenchlorid, trocknet im luftleeren Raum möglichst vollkommen und erhitzt im Dampfbad.

Nach Chesnais.

1131. A. Chesnais. Verfahren zur Herstellung und Verstärkung von Zelluloseprodukten.

Franz. P. 463 693.

Bekanntlich haben Kunstseide und andere ähnliche Produkte die Eigenschaft, Wasser aufzunehmen. Man hat bereits versucht, diese Eigenschaft zu beheben, besonders durch Benutzung von Ameisensäure unter verschiedenen Formen. Die bisher empfohlenen Mittel scheinen aber technisch nicht anwendbar zu sein und haben im allgemeinen den Nachteil, nur oberflächlich auf die Zellulosekörper zu wirken; der Kern bleibt wasserempfindlich, und daher rührt nicht nur eine mangelhafte Widerstandsfähigkeit in nassem Zustande, sondern auch schlechte Anfärbbarkeit. Nach dem vorliegenden Verfahren soll sowohl auf das Äußere wie auf das Innere der Zellulosekörper eingewirkt werden. Die Erfindung besteht in der Anwendung der unterphosphorigen Säure oder anderer Verbindungen der phosphorigen Säure, die das Zellulosemolekül dehydratisieren, in Lösung von 5–20% bei Temperaturen von 20–50 °C. Die genannte Säure kann in verschiedener Weise angewendet werden, sie kann dem Alkalixanthogenat zugesetzt oder dem Koagulations- oder Fixierbade zugegeben, oder sie kann auf die schon fixierten Zelluloseprodukte zur Einwirkung gebracht werden. Man zerteilt z. B. die aus dem Schweflungsbehälter kommende Xanthatmasse durch Separatoren und behandelt sie mit unterphosphoriger Säure, deren Stärke und Temperatur nach der Natronlaugenmenge schwanken, die in dem Xanthat enthalten ist. Die unterphosphorige Säure kann auch als Koagulations- oder als Fixierbad angewendet werden, oder um zugleich zu fällen und zu fixieren. Mit der unterphosphorigen Säure kann man auch schon fixierte Zelluloseprodukte behandeln, z. B. Fäden in Form von Kuchen, auf Bobinen oder in Flotten, und an freier Luft oder unter Vakuum, um die Einwirkung zu beschleunigen. In allen Fällen hat die unterphosphorige Säure die Wirkung, das Molekül des Xanthates unlöslich zu machen und ihm neue Eigenschaften zu verleihen. Man kann auch die Salze der unterphosphorigen Säure anwenden

oder andere geeignete Phosphorverbindungen in flüssiger Form oder gasförmig. Das Verfahren ist anwendbar auf Zellulosen aller Art, z. B. auch Nitro- oder Kupferzellulosen.

Nach Fessmann.

1132. L. Fessmann, Augsburg. Verfahren zum Verarbeiten von Fasern, die nach dem Kunstseide- oder einem ähnlichen Verfahren hergestellt sind.

D.R.P. 316 045 Kl. 29a vom 26. XI. 1918 (gelöscht).

Bekanntlich leiden alle Gewebe, die aus Kunstseidegarnen hergestellt sind, an einer großen Wasseraufnahmefähigkeit, wodurch der Verwendungszweck dieser Gewebe nicht unerheblich eingeschränkt wird. Es ist ferner bekannt, daß man die bisher zur Verwendung kommenden Fasergarne aus Baumwolle u. dgl. einer ziemlich scharfen Drehung unterzieht, so daß sich die Hohlräume besser schließen und das Eindringen des Wassers verzögert oder verringert wird. Es ist auch unzweifelhaft, daß die Wasseraufnahmefähigkeit eines Gewebes von der Dichte der zur Verwendung kommenden Fasern oder Garne abhängig ist, d. h. je weniger hygroskopisch die Fasern sind und je weniger Lufträume sie einschließen, um so geringer wird auch die Wasseraufnahmefähigkeit. Kunstseide gewöhnlicher Art zeigt im allgemeinen einen vollen Querschnitt, vorausgesetzt, daß der Spritzvorgang einen normalen Verlauf nahm. Ist letzteres nicht der Fall, so ist die Bildung von Hohlräumen nicht ausgeschlossen. Außerdem wird das künstliche Fadengebilde in seiner Homogenität dadurch beeinflußt, daß bei Verwendung bestimmter Fällungslösungen Luftbläschen auftreten, welche die Fadenbildung außerordentlich ungünstig beeinflussen, d. h. die sehr nachteilig auf die Homogenität der Fadengebilde einwirken. Alle Fällflüssigkeiten, die gelöste Gase enthalten, stehen der gleichmäßigen Fadenbildung gleichfalls im Wege. Es kann daher nicht allein vorkommen, daß die Fadengebilde Hohlräume aufweisen, sondern es wird deren Oberfläche mehr oder weniger porig ausfallen, und zwar um so mehr, je größer die Menge der aus der Fällflüssigkeit aufsteigenden Gas- oder Luftbläschen ist. Werden nun Fasern mit muldenförmigen Vertiefungen, porösen Stellen u. dgl. versponnen, so ist es klar, daß die miteinander versponnenen Fadengebilde gegenseitig Lufträume einschließen, die eben die Wasseraufnahmefähigkeit in hohem Maße begünstigen.

Gemäß der Erfindung wird eine Verdichtung des Faserguts oder die Verminderung der Luft- oder Hohlräume dadurch erzielt, daß man die Fasern vor dem Verspinnen unter verhältnismäßig hohem Druck zwischen Stahlwalzen hindurchführt, wodurch die Wasseraufnahmefähigkeit der Fasern wesentlich verringert wird. Dabei empfiehlt es sich, die Fasern in ganz dünnen Lagen durch die Preßwalzen hindurchzuführen, derart, daß sich die Verdichtung möglichst vollständig vollziehen kann.

Patentanspruch: Verfahren zur Verarbeitung von Fasern, die nach dem Kunstseide- oder einem ähnlichen Verfahren hergestellt sind,

dadurch gekennzeichnet, daß die Fasern zur Verminderung der Wasseraufnahmefähigkeit in einer dünnen Lage unter hohem Druck zwischen Walzen hindurchgeführt werden.

Nach Meyer.

1133. Dr. L. Meyer, Charlottenburg. Verfahren zum Wasserdicht- und Weichmachen von Textilstoffen.

D.R.P. 314 968 Kl. 8k vom 13. XII. 1918 (gelöscht).

Bei der Behandlung von Textilersatzstoffen, besonders Kunstseide und Stapelfaser, mit Seifen und Metallsalzen zeigte sich der Übelstand, daß die Fasern klebten, was auf das Entstehen unlöslicher fettsaurer Verbindungen zurückzuführen ist, die sich auf der Faser niederschlagen. Nach der Erfindung soll dieser Übelstand vermieden werden, wenn die nach der Behandlung mit Metallsalzen getrockneten Fasern mit alkalischen Mitteln nachbehandelt werden. Beispielsweise wird mit basisch ameisensaurer Tonerde von 4° Bé imprägniert, geschleudert, bei einer Temperatur von 40–45° C getrocknet und dann mit Ammoniak zur Bildung des Hydrates behandelt und nochmals geschleudert. Die Nachbehandlung mit Seifenlösung erfolgt bei 50° C. Die Stärke der Seifenlösung richtet sich nach dem Grade der verlangten Weichheit. Zweckmäßig wendet man Seife im Überschuß an. Nach der Seifenbehandlung wird geschleudert und bei 40–50° C getrocknet.

Patentanspruch: Verfahren zum Wasserdicht- und Weichmachen von Textilstoffen unter Verwendung von Metallsalzlösungen und Seife, dadurch gekennzeichnet, daß man nach der Behandlung mit Metallsalzlösungen trocknet, danach mit alkalisch wirkenden Mitteln nachbehandelt und darauf eine Behandlung mit Seife oder ähnlich wirkenden Mitteln folgen läßt.

Nach Moeller.

1134. F. Moeller, Cassel. Behandeln von Zellulose und Zelluloseprodukten.

Brit. P. 145 611 vom 29. VI. 1920 (Prior. vom 24. II. 1919), Zus. z. brit. P. 145 610; franz. P. 517 953; norweg. P. 35 298; Ver. St. Amer. P. 1 499 025.

Kunstseide, Garn und Gewebe daraus, werden dadurch gehärtet und weniger empfindlich gegen Wasser gemacht, daß man sie mit Schwefelchlorid behandelt und den abgelagerten Schwefel dann durch ein Schwefellösungsmittel entfernt. Durch weitere Behandlung mit Thionylchlorid werden die Produkte wasserabstoßend.

1135. F. Moeller, Mannheim. Verbesserungen im Wasserdichtmachen von Zellulose oder Kohlenhydraten der Zellulosegruppe.

Brit. P. 184 462 vom 1. VIII. 1922 (Prior. Deutschland 12. VIII. 1921).

Zum Wasserdichtmachen von Zelluloseprodukten werden diese der Einwirkung von Thionylchlorid- oder Schwefelchloriddämpfen ausgesetzt, die aus fein verteiltem Thionylchlorid oder Schwefelchlorid ent-

wickelt sind. Die Chloride werden z. B. in einer besonderen Kammer verstäubt, oder man läßt sie von porösen Massen aufsaugen oder überträgt sie durch Walzen, die in die Chloride eintauchen.

Nach Société „La Soie Artificielle de la Voulte“.

1136. La Société „La Soie Artificielle de la Voulte“, Paris. Verfahren zum Undurchlässigmachen und Verstärken von Garnen und Geweben.

D.R.P. 350 805 Kl. 8 k vom 5. I. 1921 (Prior. Frankr. 11. II. 1920), (gelöscht); franz. P. 509 814; brit. P. 158 851; Ver. St. Amer. P. 1 377 110.

Die Garne werden mit in gasförmigem Zustand befindlichen Stoffen behandelt, die so verdünnt sein müssen, daß sie leicht und vollständig in das undurchlässig zu machende Gut eindringen und sich an der Oberfläche nur in so dünner Schicht ablagern, daß die Garne nicht zusammenkleben. Nach Rückkehr in den festen Zustand füllen diese Gase oder Dämpfe die Kapillarröhrräume im Innern der Garne so aus, daß Wasser sich in das Garn nicht einlagern und demzufolge ein gegenseitiges Aufeinandergleiten der Materialbestandteile nicht stattfinden kann, wobei weder die Geschmeidigkeit der Garne beeinträchtigt noch deren Dichte wesentlich gesteigert wird. Die Menge des in das Gut einzuführenden Stoffes muß stets so klein wie möglich gehalten werden. Der in der geschilderten Weise undurchlässig gemachte Faden kann nicht mehr gefärbt werden; es empfiehlt sich daher, nur gefärbte Garne zu behandeln. Es werden z. B. in einem mit Heizmantel versehenen Gefäß Strähne gefärbter, getrockneter Kunstseide so aufgehängt, daß die Fäden nirgends zusammengedrückt sind und an allen Stellen gleichmäßig von dem erzeugten Dampf durchdrungen werden können. Bei einer Temperatur von ungefähr 100° C und einem Druck von 5 cm Quecksilbersäule wird das Gefäß mit einem Terpentinöl enthaltenden Behälter verbunden. Diesen Behälter erhitzt man nun ebenfalls und sobald der Druck im ersten Behälter auf 15 cm Quecksilbersäule gestiegen ist, wird die Verbindung mit dem Terpentinölbehälter unterbrochen. Man läßt 2 Stunden den Terpentinöldampf in die Garnmasse eindringen, wobei man allmählich die Temperatur bis auf die der Außenluft heruntergehen läßt. Jetzt wird das Gefäß langsam mit der Atmosphäre durch ein Rohr in Verbindung gesetzt, in welchem die einströmende Luft sich stark ozonisiert, z. B. indem sie an einer Quecksilberdampflampe entlanggeführt wird. Nach zweistündigem Verweilen in dieser ozonisierten Luft ist die Reaktion beendet. Das Gefäß wird geöffnet und das herausgenommene Garn stark geschüttelt. Die Kunstseidesträhne werden dann 24 Stunden der Außenluft ausgesetzt. Gleichzeitig mit den Terpentinöldämpfen kann man Essigsäuredämpfe zur Einwirkung bringen. Will man in dem Garn z. B. sehr kleine Mengen eines Kunstharzes aus Phenol und Aldehyd erzeugen, so führt man in das Gefäß nacheinander in dampfförmigem Zustand Formaldehyd, Phenol und Katalysatoren ein, z. B. organische Säuren, wie Ameisen- oder Essigsäure, oder auch Ammoniak. Zur Erhöhung der Geschmeidigkeit werden die behandelten Garne in ein Bad aus Öl, Seife, Glycerin od. dgl. eingebracht.

Patentanspruch: Verfahren zum Undurchlässigmachen und Verstärken von Garnen und Geweben, deren Festigkeit in benetztem Zustand abnimmt, dadurch gekennzeichnet, daß der Substanz der Garne Produkte einverleibt werden, die in gas- oder dampfförmigem Zustand in die Garnmasse eingeführt werden und unter sich so reagieren, daß wasserundurchlässige Verbindungen entstehen, wobei die Behandlung vor oder nach dem Weben der Garne erfolgen kann.

Nach Société Industrielle pour L'Application de Brevets et Procédés.

1137. Société Industrielle pour l'Application de Brevets et Procédés, Paris. Verfahren zur Behandlung hydratisierter Zellulosen, um ihre Absorptionskraft herabzusetzen.

Brit. P. 201 526 vom 24. V. 1923 (Prior. Frankr. 25. VII. 1922).

Die Zellulose, z. B. Kunstseide, wird auf Temperaturen von 100° C oder höher bei atmosphärischem Druck unter Bedingungen erhitzt, unter denen sich die Menge des mit der Zellulose verbundenen Wassers nicht ändert. Man behandelt z. B. die lufttrocknen Fäden mit trockenem, gesättigtem, aber nicht überhitztem Dampf in einem geschlossenen Apparat, gegebenenfalls unter Druck.

Nach Courtaulds Ltd., Napper und Diamond.

1138. Courtaulds Ltd., London, S. S. Napper und C. Diamond. Wasserfestmachen künstlicher Seide.

Brit. P. 213 765 vom 29. III. 1923.

Die Faser wird mit trockenem Chlor unter Ausschluß von Wasser behandelt. Das Chlor wird gasförmig oder in einem organischen Lösungsmittel, wie Benzol, gelöst angewendet. Die Widerstandsfähigkeit gegen Wasser wird durch Behandeln mit Wachs erhöht, was gleichzeitig mit oder nach der Behandlung mit Chlor erfolgen kann. Vor der Chlorbehandlung wird getrocknet.

Nach Rothband und Mandleberg.

1139. H. L. Rothband und J. Mandleberg & Co., Ltd., Manchester. Wasserdichtmachen von Geweben.

Brit. P. 227 527 vom 17. X. 1923.

Gewebe aus künstlicher Seide werden überzogen oder appetiert mit Paraffinwachs oder anderen Wachsen oder mit Stearin, Japanwachs oder Spermaceti vor oder nach dem Überziehen mit Kautschuk. Das Gewebe wird z. B. auf einer Seite mit Kautschuklösung auf der Streichmaschine überzogen und dann mit Tonerdeformiat oder -acetat oder einem anderen zum Wasserdichtmachen geeigneten Salz imprägniert. Dann wird geschmolzenes Wachs durch gravierte Walzen aufgetragen. Fäden aus Kunstseide werden mit gelöstem Wachs überzogen oder imprägniert, ehe sie verwebt werden; das Gewebe wird dann mit Kautschuk überzogen.

Nach Textilausrüstungs-Gesellschaft m. b. H.**1140. Textilausrüstungs-Gesellschaft m. b. H., Crefeld. Verfahren zur Behandlung von Kunstseide.**

D.R.P. 414 523 Kl. 8k vom 25. I. 1924.

Zum Wasserdicht- und Weichmachen von Textilstoffen ist bereits empfohlen worden, die Faser mit einer 4° Bé starken Lösung von ameisensaurer Tonerde zu tränken, trocknen zu lassen, um dann nach einem Zwischenbad von Ammoniak oder Alkalien das auf dem Faden niedergeschlagene Aluminiumhydroxyd mit Seife als fettsaures Aluminium abzubinden¹⁾. Bei dieser Arbeitsweise werden gewichtsmäßig kaum feststellbare Mengen fettsaurer Tonerde durch Auftrocknenlassen und Nachbehandeln mit Seife außen auf der Faser niedergeschlagen. Dagegen bezweckt das vorliegende Verfahren die vollständige Durchdringung der Faser mit Aluminiumverbindungen, wodurch neben einer Erschwerung eine geringere Wasserempfindlichkeit der Kunstseidenfaser erreicht wird. Es wurde gefunden, daß Kunstseide bei Behandlung mit konzentrierten aluminiumnitrat-haltigen Lösungen und darauffolgendem Waschen eine verhältnismäßig große Menge von Aluminiumverbindungen aufnimmt. Die hauptsächlich aus Aluminiumhydroxyd bestehende Erschwerung kann je nachdem, ob auf Weichheit und Wasserfestigkeit oder auf erschwerende Wirkung mehr Wert gelegt wird, mit Fettseifen, Harzseifen, Silikaten oder anderen Chemikalien abgebunden werden.

Die Arbeitsweise kann wie folgt ausgeführt werden: Kunstseidenmaterial wird nach Feststellung des Rohgewichts in eine konzentrierte Lösung von Aluminiumnitrat eingelegt, nach 1 Stunde herausgenommen, abgewunden und ausgeschwungen. Nach dem nun folgenden Waschen mit gewöhnlichem Wasser wird das im Faden befindliche Aluminiumhydroxyd in einer Seifenlösung von etwa 10–15 g im Liter bei einer Temperatur von 50–60° C abgebunden. Nach dem Spülen, Ausschwingen und Trocknen beträgt die Gewichtszunahme 2–3%. Wird nachträglich oder an Stelle von Seifenlösung mit Wasserglas abgebunden, so tritt erhöhte Gewichtsvermehrung ein.

Patentanspruch: Verfahren zur Verringerung der Wasserempfindlichkeit und zur Veredlung von Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß man sie der Einwirkung von Aluminiumnitratlösungen, gegebenenfalls unter Nachbehandlung mit Alkalisilikaten oder Seifen, unterwirft.

Nach Hawlik.**1141. H. Hawlik, Berlin. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus Zellulosexanthaten.**

Brit. P. 242 240 vom 7. IX. 1925 (Prior. 29. X. 1924).

In den Fäden werden, um sie wasserfest zu machen, beim Spinnen wasserfestmachende Stoffe gebildet. Man bringt z. B. in die Viskose Natriumaluminat, Aluminiumchlorid, -sulfat oder -acetat, ferner Salze

¹⁾ Siehe S. 970.

von Kalzium, Barium, Strontium, Zinn und Zink oder Mischungen davon. Dann wird in ein Bad aus Säure, z. B. höheren Fettsäuren, wie Palmitin-, Stearin-, Öl-, Eruacasäure oder Rizinusölsulfosäure, ferner gehärteten Fettsäuren, Oxysbacinsäure, halogenierten Fettsäuren, Harz- oder Wachssäuren, Salizyl- oder Gerbsäuren, gesponnen. Man kann auch umgekehrt die Salze dem Spinnbad und die Säuren der Viskose zusetzen.

Nach Borzykowski.

1142. B. Borzykowski, Charlottenburg. Verfahren zur Herstellung von matten, glanzlosen Gebilden, wie Kunstfäden, Kunstseide, Haare, Roßhaare usw., aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 262 253 Kl. 29 b vom 12. VII. 1912.

Für viele Zwecke ist der Glanz der Kunstseide störend, z. B. bei Nachahmung der natürlichen Seide sowie bei der Herstellung von Haaren für Zöpfe, Perücken, von künstlichem Roßhaar usw. Die glänzenden Kunstprodukte müssen nachträglich entglänzt werden, was jedoch nur zum Teil gelingt, z. B. durch Behandlung mit einem nicht trocknenden Öl und indifferenten Pulvern (Ptschr. 137 461 Kl. 29 b; Ver. St. Amer. Ptschr. 729 749).

Es wurde nun gefunden, daß man direkt beim Spinnen oder Fälen von Spinnlösungen in stark alkalischen Bädern ein mattes, vollkommen glanzloses Produkt von großer Festigkeit und Elastizität erhalten kann, indem man den alkalischen Fällmitteln gewisse Metalle, deren Oxyde oder Salze in geringer Menge zusetzt. In Betracht kommen Schwermetalle, deren Oxyde in Ätzalkalien löslich sind, z. B. Blei oder Zinn. Diese Salze in alkalischer Lösung verursachen das Mattwerden des Spinnproduktes. Zu demselben Ergebnis gelangt man, wenn die Gefäße, in welchen sich das alkalische Fällmittel befindet, mit den betreffenden Metallblechen ausgelegt sind. Man kann auch so vorgehen, daß man direkt hinter einem üblichen Fällbad den Faden durch die betreffende alkalische Metalllösung bei gewöhnlicher oder erhöhter Temperatur durchzieht. Man kann schließlich dasselbe erzielen, wenn man das fertige Spinngut in der kalten oder warmen alkalischen Metalllösung nachbehandelt.

Beispiele. 1. Eine Kupferoxydammoniakzelluloselösung wird durch Spinndüsen in ein warmes Bad von Kali- oder Natronlauge von 30 bis 40° Bé gesponnen, welche sich in einem mit Bleiblech ausgelegten Gefäß befindet. Die Fäden werden in üblicher Weise entkupfert und nachbehandelt und ergeben im gewirnten oder ungewirnten Zustande, als Seide, Haare oder Roßhaare, ein mattes, glanzloses, dem Naturprodukt ähnliches Gebilde.

2. Die fertigen kupferhaltigen Kunstfäden im Strang werden mit einer Lösung von 0,1 kg Bleihydroxyd in 10 l Kali- oder Natronlauge 30° Bé 10–20 Minuten lang behandelt, mit Wasser abgespült, mit Säure vom Kupfer befreit, gewaschen und getrocknet.

3. Die fertigen kupferhaltigen Kunstfäden werden mit einer Lösung von 0,12 kg zinnsaurem Natrium in 10 l Natronlauge 25–30° Bé wie unter Beispiel 2 behandelt.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von matten, glanzlosen Gebilden, wie Kunstfäden, Kunstseide, Haare, Roßhaare usw., aus Zelluloselösungen, darin bestehend, daß man dem aus starker Alkalilauge bestehenden Fällbade alkalische Lösungen solcher Metalle zusetzt, deren Oxyde in Ätzalkalien löslich sind, oder daß man die in üblicher Weise erhaltenen Fäden mit den alkalischen Lösungen der bezeichneten Metalle nachbehandelt.

Nach Wagner.

1143. A. Wagner, Berlin. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Faserstoffen für mehrfarbige Gewebe.

D.R.P. 137 255 Kl. 29b vom 5. VI. 1901 (gelöscht).

Die mehrfarbigen Gewebe, welche farblose oder hellgefärbte künstliche Faserstoffe enthalten, weisen den Übelstand auf, daß die mehrfarbige Wirkung, besonders bei dickeren Fäden, nur wenig hervortritt. Es hat sich nun herausgestellt, daß dieser Mangel von der starken Durchsichtigkeit der ungefärbten oder mit Lasurfarben in hellen Tönen gefärbten künstlichen Faserstoffe herrührt, welche die unter ihnen liegenden dunkler gefärbten Gewebefäden durchscheinen lassen, wodurch erklärlicherweise die mehrfarbige Wirkung des Gewebes beeinträchtigt werden muß.

Zur Beseitigung des erwähnten Übelstandes werden nach vorliegendem Verfahren ungefärbte oder hellfarbige undurchsichtige Körper in die Fasern während ihrer Erzeugung eingeführt, welche das Durchscheinen verhindern und daher den Mehrfarbeneffekt erhöhen. Bei der großen Feinheit der künstlichen Fasern würden grobkörnige Zusatzkörper die Erzeugung und Verarbeitung der Fasern unmöglich machen. Es sind daher nur äußerst feinpulverige Körper verwendbar, welche zweckmäßig in der Spinnlösung selbst aus löslichen Komponenten abgeschieden werden. Da die gleichmäßige Verteilung der Zusatzkörper in der zähen Spinnlösung mit Schwierigkeit verknüpft ist, werden diese Körper am besten erst beim Spinnen der Fäden aus löslichen Komponenten niedergeschlagen, welche auf Spinnlösung und Fällflüssigkeit verteilt sind. Um die künstlichen Faserstoffe noch stärker von dem dunklen Grunde des Gewebes abzuheben, empfiehlt es sich, zur Beseitigung des Durchscheinens glänzende undurchsichtige Körper zu verwenden, z. B. äußerst feinen Metallstaub, Bronzen, echtes Gold, perlmutterglänzende und irisierende Stoffe. Beispielsweise setzt man einer Kollodiumlösung fein gesiebtetes Talkum- oder Goldbronzepulver zu und verspinnt die erhaltene Mischung nach gutem Durchrühren durch Einspritzen in Chloroform. Das Spinnen und die Weiterverarbeitung der erhaltenen Fasern kann in üblicher Weise ausgeführt werden. Oder man läßt eine schwefelsäurehaltige Eisessiglösung von Zelloseacetat in ein chlorbariumhaltiges Fällbad austreten, wodurch sich in der Faser Bariumsulfat niederschlägt. Oder man setzt zu der Kollodiumlösung eine Lösung von Chlorkalzium in Alkohol und spritzt die Mischung aus feinen Öffnungen in eine mit Alkohol versetzte Lösung von Natriumphosphat. Die Walze zum Aufwickeln der erzeugten Fäden läßt man

zweckmäßig in wäßriger Lösung von Natriumphosphat laufen. Oder man fügt zu der Kollodiumlösung wenig in Alkohol gelöstes Eisenbromid und spritzt die gut durchgerührte Mischung in eine mit Salzsäure angesäuerte Lösung von gelbem Blutlaugensalz, so daß eine hellblaue Färbung entsteht. Oder die Kollodiumlösung wird mit wenig in Alkohol gelöstem Nickelnitrat gemischt und die Mischung in eine Lösung von Schwefelnatrium gespritzt, so daß eine hellbraune Färbung gebildet wird.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Faserstoffen für mehrfarbige Gewebe, dadurch gekennzeichnet, daß in die Fasern während ihrer Erzeugung ungefärbte oder hellfarbige undurchsichtige Körper eingeführt werden, zum Zwecke, das Durchscheinen der darunterliegenden, dunkler gefärbten Gewebefäden durch die nicht oder nur schwachgefärbten künstlichen Faserstoffe zu vermeiden, also den mehrfarbigen Effekt zu erhöhen.

2. Ausführungsform des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die undurchsichtigen Körper in der Spinnlösung aus löslichen Komponenten abgeschieden werden.

3. Ausführungsform des unter 1. und 2. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß die beiden löslichen Komponenten des undurchsichtigen Körpers auf Spinnlösung und Fällflüssigkeit verteilt werden, zum Zwecke, die Abscheidung des undurchsichtigen Körpers in der Faser erst im Augenblicke der Erzeugung der Faser zu vollziehen.

4. Ausführungsform des unter 1. beanspruchten Verfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß zur Beseitigung des Durchscheinens der künstlichen Faserstoffe glänzende Körper, z. B. äußerst feiner Metallstaub, Bronzen, echtes Gold, perlmutterglänzende oder irisierende Stoffe, in die Fasern eingeführt werden, zum Zwecke, die Fäden von dem dunkleren Grundgewebe schärfer abzuheben.

Nach Culp.

1144. Dr. S. Culp, Barmen. Verfahren zur Verdickung der Natur- und Kunstseidenfäden ohne Erschwerung.

D.R.P. 274 044 Kl. 8m vom 20. XII. 1912 (gelöscht).

Das Verfahren besteht darin, daß man die Faser eine Zeitlang einer Gasentwicklung aussetzt, die für den gewünschten Zweck geeignet ist. Z. B. behandelt man die Seide $\frac{1}{2}$ Stunde in einem Kreidebade, das 30 bis 50 g Kreide im Liter Wasser enthält. Man drückt darauf die Seide gut ab oder schleudert sie und geht dann mit ihr auf ein 10% iges Salzsäurebad, steckt unter und zieht von Zeit zu Zeit um, bis die Gasentwicklung aufgehört hat. Wiederholt man zwei oder mehrere Male abwechselnd die Behandlung der Seide auf dem Kreide- und Säurebade, wobei man nach dem Säurebade jedesmal gut spült, ehe man wieder auf das Kreidebad geht, so erzielt man eine entsprechende Verdickung der Seidenfäden. Nach dem letzten Säurebade spült man die Seide, bis die Säure entfernt ist. Behandelt man die Seide auf einem auf etwa 60—75° erwärmten Kreidebade, so ist es kaum nötig, eine Wiederholung vorzunehmen, denn die Seidenfäden nehmen in der Wärme aus dem

Kreidebade so viel Kreide auf, daß die Gasentwicklung beim nachfolgenden Säurebad so stark ist, daß die Verdickung der Fäden bei dieser einmaligen Behandlung schon sichtbar ist. Man hat auch darauf zu achten, daß die Wassermenge des Kreidebades in bezug auf die Gewichtsmenge der Seide nicht zu groß ist, höchstens das 30fache beträgt. Denn je kürzer das Bad, desto größere Mengen Kreide vermag der Seidenfaden aufzunehmen. Anstatt den kohlen sauren Kalk auf den Seidenfaden niederzuschlagen, kann man ihn auch in der Faser niederzuschlagen und darauf im Säurebad zersetzen. Gefärbt wird wie üblich. Ein weiteres zweckmäßiges Verfahren würde darin bestehen, daß man auf die Natur- und Kunstseidenfäden in einem erwärmten Wasserbade aus einer Bombe z. B. Kohlen säuregas längere Zeit einwirken läßt.

Patentanspruch: Verfahren zur Verdickung der Natur- und Kunstseidenfäden ohne Erschwerung, dadurch gekennzeichnet, daß man die Faser in einem geeigneten Bade einer Gasentwicklung aussetzt, die erzeugt wird z. B. durch Niederschlagen von kohlen saurem Kalk auf oder in der Faser und Zersetzen des Niederschlages durch eine verdünnte Säure oder durch Einleiten von Kohlen säure aus einer Bombe.

Nach Deutsche Gasglühlicht-A.-G.

1145. Deutsche Gasglühlicht-A.-G. (Auer-Ges.), Berlin. Behandeln künstlicher Seide.

Brit. P. 116 103; D.R.P. 338 653 Kl. 8 m vom 23. III. 1917 (gelöscht); österr. P. 99 497.

Beim Herrichten künstlicher Seide für textilindustrielle Zwecke werden Metallhydrate in der Faser durch Ammoniak oder andere alkalisch wirkende Gase in der Weise fixiert, wie man Stoffe für die Herstellung von Glühlichtstrümpfen imprägniert. Das Ammoniak kann mit Luft oder anderen indifferenten Gasen verdünnt sein. Gefärbte Seide kann auch behandelt werden; um nach Muster zu färben, kann ein Muster verwendet werden, welches vorher in der Farbe gefärbt ist, die das Beschweren ergibt. Die Nebenprodukte der Thorherstellung können verwendet werden; sie enthalten Cer, Lanthan und Didym. Die Strohfärbung, die sie ergeben, kann durch Bleichen beseitigt werden.

Das D.R.P. hat folgenden

Patentanspruch: Verfahren zur Herrichtung von Kunstseide für textilindustrielle Zwecke, dadurch gekennzeichnet, daß in der für die Imprägnierung von Glühkörpergeweben mit Leuchtsalzerden bekannten Weise Schwermetalloxydhydrate durch alkalisch wirkende Gase in der Faser echt fixiert werden.

Nach dem

1146. Zusatzpatent 402 401 Kl. 8 m vom 7. VII. 1917 (gelöscht)

werden bessere Erfolge erzielt, wenn man bei dem Verfahren des Hauptpatents die Tränkung mit erhitzter Salzlösung vornimmt. Man erwärmt z. B. eine Zinnsalzlösung auf etwa 100°, geht mit der Kunstseide ein, zieht einige Male bis zur Durchtränkung um, läßt 1 Stunde in der Lösung liegen, schleudert, trocknet und fixiert, wie im Hauptpatent angegeben.

Ferner wurde gefunden, daß sich das Verfahren nicht nur mit den gewöhnlichen Schwermetallsalzen, wie Eisen-, Chrom-, Zinn- usw. Salzen, ausführen läßt, sondern sich auch für die Verwertung der seltenen Schwermetallsalze, besonders der seltenen Erden, eignet. Man kann z. B. eine Lösung der Salze der Thornitratfabrikation, die auf etwa 100° erwärmt ist, in der gleichen Weise zur Anwendung bringen, wenn man damit die Kunstseide in der für die Zinnsalzlösung beschriebenen Weise behandelt. Man erhält so eine hohe Erschwerung, die z. B. von 40% nach dem Hauptpatent auf etwa 47% steigt. Ferner ist die Erschwerung gleichmäßiger und die erschwerte Seide zeichnet sich durch Weichheit und Griff aus.

Nach dem Hauptpatent ist es von Vorteil, die Kunstseide zunächst zu färben und dann zu erschweren. Es hat sich herausgestellt, daß die z. B. mit substantiven Farbstoffen vorgefärbte Kunstseide die Behandlung sogar mit heißer Salzlösung aushält, ohne daß der Farbstoff abgezogen wird, daß also auch vorgefärbte Kunstseide die oben beschriebene Behandlung mit heißen Salzlösungen verträgt, ohne daß die Färbung sich verändert und ohne daß die Kunstseide selbst in ihrer Festigkeit leidet.

Patentansprüche: 1. Abänderung des Verfahrens zur Herrichtung von Kunstseide für textilindustrielle Zwecke nach Patent 338 653, dadurch gekennzeichnet, daß man die aus Schwermetalloxydhydrat, wie Eisen, Nickel, Chrom, Zinn usw., bestehenden Erschwerungssalze erwärmt anwendet.

2. Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man Salzlösungen der seltenen Erden, insbesondere Lösungen der Abfallprodukte der Thornitratfabrikation, erwärmt verwendet.

Das

1147. Zusatzpatent 411 265 Kl. 8 m vom 7. VII. 1917

betrifft nach den

Patentansprüchen: 1. Abänderung des Verfahrens zur Herrichtung von Kunstseide für textilindustrielle Zwecke nach dem Patent 338 653, dadurch gekennzeichnet, daß man Lanthansalze und verwandte Salze zur Erschwerung verwendet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösungen erwärmt angewendet werden.

1148. Deutsche Gasglühlicht-Auer-Gesellschaft m. b. H., Berlin. Verfahren zur Herrichtung von Kunstseide für textilindustrielle Zwecke.

D.R.P. 403 990 Kl. 8 m vom 9. I. 1920 (gelöscht).

Die mit Beschwerungssalzen, z. B. Zinnsalzen, Zirkonsalzen und den in den Nebenprodukten der Thoriumfabrikation enthaltenen Salzen getränkte und getrocknete Faser wird mit Ammoniak behandelt, welches in organischen Lösungsmitteln, wie Alkohol, Äther, Aceton usw., gelöst ist. Das in der Lösung enthaltene Ammoniak muß alles in der Seide vorhandene Salz in das Hydrat überführen. Das Bad wird immer wieder

verwendet und durch Einleiten von Ammoniak aufgefrischt. Man erzielt eine außerordentlich hohe Erschwerung und eine Seide von hohem Glanz und gutem Griff. Die Kunstseide kann nach diesem Verfahren erst gefärbt und dann beschwert werden, ohne daß z. B. substantive Farbstoffe durch die Salzlösung im Beschwerungsbad abgezogen oder durch die ammoniakalische Lösung beeinflußt werden. Um den Farbton sicher zu treffen, wird in üblicher Weise ein kleiner Musterstrang mit ins Farbbad gegeben, der vorher echt in der Farbe, die die Erschwerung mit sich bringt, gefärbt ist.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herrichtung von Kunstseide für textilindustrielle Zwecke, dadurch gekennzeichnet, daß Schwermetalloxydhydrate, wie solche des Zinns, Zirkons, der Salze der Edelerden usw., durch in organischen Lösungsmitteln gelöstes Ammoniak in der Faser echt fixiert werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kunstseide vor dem Beschweren gefärbt wird.

Nach Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H.

1149. Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte m. b. H., Berlin.
Verfahren und Vorrichtung zur Behandlung von Natur- oder Kunstseide mit Gasen oder Dämpfen.

D.R.P. 322 836 Kl. 29b vom 8. VIII. 1918 (gelöscht).

Die Erfindung soll zur Herrichtung von Natur- oder Kunstseide für textilindustrielle Zwecke dienen, wobei die Stoffe nach dem Tränken und etwaigen Schleudern mit Luft getrocknet und mit Gasen, z. B. Ammoniak, behandelt werden. Um diese Beeinflussung der Seide durch die Luft oder die Gase mit einfachen Mitteln in wirksamer Weise auszuführen und dabei auch den Anforderungen der Massenbehandlung Rechnung zu tragen, wird gemäß der Erfindung unter Zugrundelegung des Gegenstromprinzips hierfür eine Vorrichtung verwendet, bei der die auf Horden oder ähnlichen Behältern angeordnete, getränkte und geschleuderte Masse in einem geschlossenen Raum in der einen Richtung bewegt, während die Luft oder das Gas in der entgegengesetzten Richtung durch diesen Raum geleitet wird. Um eine möglichst restlose Ausnutzung der Gase zu erreichen, kann derselbe Gasstrom durch Rückleitung nach dem die Horden enthaltenden Raum mehrfach verwendet werden. Eine weitere Ausbildung der Neuerung ist ferner in der Weise denkbar, daß Mittel vorgesehen werden, um die Vorrichtung von der Lufttrocknung auf die Gasbehandlung umschalten zu können. Schließlich läßt sich noch eine Ergänzung der Vorrichtung nach der Erfindung in der Weise denken, daß sie auch zur Berieselung der Seide benutzt werden kann. (4 Ansprüche. 2 Zeichnungen.)

Über Beschweren von Kunstseide mit Bittersalz und Türkönöl neben Zusatz von etwas Gelatine s. Zeitschr. f. d. ges. Textilindustrie 1914, S. 368, und über die Verwendung von Bariumsulfat sowie Gerbsäure und Kochsalz ebenda 1914, S. 393 u. 622.

Nach Forest.

1150. Ph. Forest. Appretur für Tressen, Bänder und Gewebe aus künstlichem Haar oder künstlicher Seide.

Franz. P. 361 759 vom 9. IX. 1905.

Die Appretur besteht aus einer wäßrigen Lösung von Gelatine, der man in der Wärme mindestens die gleiche Menge Essigsäure zusetzt, wie Gelatine vorhanden ist. Nach dem Erkalten setzt man soviel Alkohol zu, daß 40—60 Alkoholometergrade erreicht werden. Statt Gelatine kann ein anderer Eiweißstoff verwendet werden.

Nach Compagnie française des applications de la cellulose.

1151. Compagnie française des applications de la cellulose. Verfahren zum Appretieren von Zellulosekörpern.

Franz. P. 417 599.

Künstliches Haar oder künstliche Seide hat für viele Zwecke nicht die genügende Steifigkeit, sie trägt sich nicht von selbst und muß z. B. in der Hutfabrikation durch Metalldrähte unterstützt werden. Behandelt man das künstliche Haar jedoch mit einer Lösung von Nitrozellulose oder anderen Zelluloseestern in den bekannten Lösungsmitteln, so erhält man nach dem Trocknen ein steifes Produkt, das seinen ganzen Glanz behalten hat und von Wasser nicht beeinflußt wird. Überzieht man z. B. eine Hutform, die aus Kunsthaar hergestellt ist, mit einer Lösung von 10 g Nitrozellulose in 100 g Amylacetat, so ist nach dem Trocknen die Form, die sich vorher nicht allein trug und von Wasser benetzt wurde, selbst in Wasser steif und hat nichts von ihrem Glanze verloren.

Nach Hübner.

1152. J. Hübner, Cheadle Hulme. Verfahren zum Appretieren von künstlicher Seide.

Brit. P. 19 166¹⁹¹⁰.

Alle bisher bekannten Verfahren zum Fertigmachen künstlicher Seide, die bezwecken, dem Produkt das Gefühl und die Elastizität der Naturseide zu geben, trocknen unter Spannung. Sie geben aber ein nur teilweise befriedigendes Resultat. Das vorliegende Verfahren schlägt den Weg ein, den Wassergehalt der Faser zu erhöhen. Die Fäden oder Garne aus künstlicher Seide werden zu diesem Zwecke mit einem hygroskopischen Stoff behandelt und dann nicht gewaschen. Die Fäden usw. werden in der üblichen Weise hergestellt und gewaschen, dann werden sie durch ein lauwarmes Bad von Marseillerseife genommen oder mit Türkischrotöl od. dgl. behandelt. Sie gelangen dann für etwa 5 Minuten in ein Bad, welches etwa 1% oder mehr Glycerin, Glykose od. dgl. enthält und mit Essigsäure, Weinsäure od. dgl. angesäuert ist. Die Seide wird dann ausgerungen oder abgeschleudert, aber nicht gewaschen. Man kann auch das Bad mit dem hygroskopischen Stoff unangesäuert verwenden und dann mit Essigsäure, Weinsäure od. dgl. nachbehandeln. Dann wird bei niedriger Temperatur getrocknet. Das Glycerin oder die Glykose hindern die Faser am Schrumpfen während des Trocknens.

Nach Friedel.

1153. J. A. E. Friedel. Verfahren, Artikeln aus Kunstseide Weichheit und größere Festigkeit zu geben.

Franz. P. 463 160.

Artikel aus Kunstseide, z. B. kunstseidene Strümpfe, sind zu hart und steif. Um sie weicher zu machen, werden sie nach dem vorliegenden Verfahren auf eine Form gezogen und in Wasser getaucht. Danach kommen sie in einen Ofen, der so hoch erhitzt ist, daß das Wasser schnell verdampft. Nimmt man dann den Strumpf von der Form, so ist er weich und zeigt ein moiréartiges Aussehen. Statt des Wassers könnte auch nicht zu heißer Dampf verwendet werden.

Nach Courtaulds Ltd. und Linfoot.

1154. Courtaulds Ltd., London, und M. Linfoot, Braintree. Verbesserungen beim Behandeln künstlicher Seide und Apparat dazu.

Brit. P. 18 556¹⁹¹⁴; Ver. St. Amer. P. 1 229 101.

Schwach gezwirnte Seide mit nur zwei Drehungen auf den Zoll wird von einer Rolle abgewickelt, über eine die Appretierflüssigkeit aufbringende Walze und eine erhitzte Trockenvorrichtung geführt und auf einer Sammelrolle aufgewickelt. Die Trockenvorrichtung besteht aus einem geheizten Kasten mit großer Oberfläche; die Fäden liegen nicht sofort ganz auf, sondern werden zunächst in einiger Entfernung von der Oberfläche des Kastens geführt, damit ein Vortrocknen stattfindet und die überschüssige Flüssigkeit verdampfen kann. (6 Zeichnungen.)

Nach Conley und Stillwell.

1155. A. D. Conley und E. C. Stillwell, Baltimore (J. P. Hooper, Baltimore). Verfahren zur Behandlung regenerierter Zelluloseartikel.

Ver. St. Amer. P. 1 371 300 vom 15. III. 1921, angem. 3. VI. 1919.

Die Produkte werden mit löslichem Rizinusöl und mit Ätznatron behandelt.

Nach Snyder.

1156. Ch. A. Snyder, Philadelphia. Mischung zum Behandeln künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 423 041 vom 18. VII. 1922, angem. 3. IX. 1921.

Zum Appretieren künstlicher Seide dient in Wasser gelöste Olivenölseife, der Olivenöl zugesetzt ist.

1157. Ch. A. Snyder, Philadelphia. Verfahren zum Behandeln künstlicher Seide.

Ver. St. Amer. P. 1 474 560 vom 20. XI. 1923, angem. 3. IX. 1921.

Zum Appretieren künstlicher Seide leitet man die Fäden durch Wasser, welches ein verseiftes Fett und pflanzliches Öl enthält, glättet die Faser, entfernt die anhaftende Flüssigkeit und trocknet.

Nach British Celanese Ltd., Ryley, Palmer und Welch.

1158. British Celanese Ltd., vorm. British Cellulose & Chemical Manufacturing Co. Ltd., C. F. Ryley, C. W. Palmer und S. A. Welch, Spondon.
Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 215 417 vom 26. I. 1923; franz. P. 575 753 (H. Dreyfus).

Um das Aufrauhnen und Haarigwerden aus Zelluloseacetat, anderen Estern, Äthern oder Zellulosederivaten nach dem Trockenspinnverfahren erzeugter Kunstseide zu vermeiden, werden die Fäden vor dem Aufwinden mit einer geeigneten öl- oder fetthaltigen Appretur versehen. Man verwendet z. B. Olivenöl, Olivenöl und Ölsäure, Rizinusöl, schweres Paraffinöl, Schmalz allein oder gemischt mit Ölsäure. Die Appretur wird durch Leiten durch die geschmolzene oder gelöste Masse, Aufsprühen, Überleiten über Walzen u. dgl. aufgetragen und schließlich wieder entfernt.

Nach Perreyron.

1159. M. F. Perreyron. Appreturmasse für Kunstseide.

Franz. P. 566 301 vom 16. V. 1923.

Statt des vielfach gebräuchlichen Seidenleims, wie er als Bastseife bei der Verarbeitung der Naturseide gewonnen wird, wird Vaselineöl im natürlichen oder verdünnten Zustand verwendet. Dem Imprägnieren muß ein kurzes Dämpfen folgen. Die Fäden erhalten Weichheit und Geschmeidigkeit, werden nicht flusig, und ihre Verarbeitung wird erleichtert.

Nach Dean.

1160. J. Dean, Bradford. Verbesserung an Apparaten zum Appretieren und Trocknen künstlicher Seide.

Brit. P. 221 944 vom 4. IX. 1923.

Die mit der Appretur versehenen Fäden werden über eine Reihe hintereinander angeordneter Heizkörper geleitet, zwischen denen Glasstäbe angeordnet sind, die gehoben werden können. Dadurch wird ermöglicht, die Berührung der appretierten Fäden mit der Heizfläche beliebig einzustellen, was gegenüber älteren Einrichtungen, bei denen nur eine einheitliche Heizfläche benutzt wird, vorteilhaft ist. (1 Zeichnung.)

Nach Schmid.

1161. A. W. Schmid. Verfahren zum Appretieren (encollage) von Kunstseidefäden.

Franz. P. 594 059 vom 8. VI. 1925.

Die Fäden werden nicht mit Lösungen von Appreturmitteln bearbeitet, sondern nur mit dem Schaum, der durch Erhitzen solcher Lösungen gebildet wird. Die behandelten Fäden werden abgeschleudert und getrocknet; sie haben eine runde, kompakte Form, die sie für das weitere Abteilen, Abspulen und Verweben geeignet macht.

Nach Lauffs.**1162. Dr. A. Lauffs, Düsseldorf.** Verfahren zum Schlichten von Kunstseide.

D.R.P. 365 668 Kl. 8k vom 4. I. 1920.

Die Kunstseide wird ohne jede sonstige Vorbehandlung mit der Schlichte aus z. B. bestem Kölner Leim, löslicher Stärke und grüner Marseiller Seife getränkt, dann aber nicht sofort weiter verarbeitet, sondern in nassem Zustande liegen gelassen, wobei sie zweckmäßig wiederholt umgestapelt wird. Dadurch wird die Schlichte viel vollständiger adsorbiert, als dies sonst der Fall war. Die Lagerung und gegebenenfalls das Umstapeln wird solange fortgesetzt, bis sich in der ablaufenden oder ausgequetschten Flüssigkeit der Gehalt an Appreturmitteln nicht mehr vermindert. In manchen Fällen sinkt dieser Gehalt so weit, daß nahezu reines Wasser abläuft. Nach beendeter Behandlung wird die Kunstseide in üblicher Weise durch Auswringen, Abschleudern, Ausquetschen usw. von der Flüssigkeit befreit, getrocknet und in üblicher Weise weiterbehandelt. Die erhaltenen Fäden kleben nicht zusammen, laufen glatt durch das Riet des Webstuhls und lassen sich gleich gut als Kette wie als Schuß verwenden. Der Glanz hat in keiner Weise gelitten, ist sogar noch höher geworden. Das Drehen des Fadens kann erspart werden, die Fäden laufen sehr rasch und glatt ab. Die geschlichteten Garne geben beim Weben, Wirken und Flechten einen weit besseren Schluß, man erhält glattere und dichtere Erzeugnisse. Wäscht man in der fertigen Ware die Schlichte wieder aus, so lösen sich die Fäden voneinander, breiten sich aus und ihre Deckkraft nimmt erheblich zu.

Über das Schlichten von Kunstseide aus Zelluloseacetat s. S. 613, Nr. 742.

Zum Appretieren von Kunstseide empfahl J. Chittik statt Stärke oder Gelatine ein Gemisch von 95% Bienenwachs und 5% Ammoniak, das in Wasser gelöst wird und durch heißes Wasser leicht wieder entfernt werden kann (Textile Manufacturer 1914, S. 134). Zum Appretieren wurden ferner vorgeschlagen ein Gemisch von Leim, Gelatine, Olivenöl, Soda, Türkönöl und mit Diastafor behandeltem Kartoffelmehl (Zeitschr. f. d. ges. Textilindustrie 1914, S. 395), ferner Diastafor (ebenda 1914, S. 434) und Gelatinelösung, der man 2–3% Glycerin und 1–2% Monopulseife zugesetzt hat (Österr. Wollen- u. Leinen-Ind. 1912, S. 151). Weiter behandeln die Ausrüstung ganz oder zum Teil aus Kunstseide hergestellter Gewebe Österr. Wollen- u. Leinen-Ind. 1916, S. 617–619, und das Appretieren künstlicher Seide „Kunststoffe“ 1914, S. 373.

Die Behandlung kunstseidener Ketten mit Gelatine, Monopulseife und Glycerin s. Leipz. Monatsschr. f. Text.-Ind. 1914, S. 170 und 1915, S. 139.

Über Veredeln kunstseidener Gewebe s. auch O. Hampel, Kunststoffe 1913, S. 264.

Nach Wünschmann.

1163. H. Wünschmann, Limbach i. Sa. Verfahren zur Erzielung eines höheren Glanzes und größter Weichheit der Kunstseide.

D.R.P. 363 100 Kl. 29b vom 2. X. 1921 (gelöscht); D. Gebr. M. 835 306.

Patentanspruch: Verfahren zur Erzielung eines höheren Glanzes und größter Weichheit der Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß man die Kunstseide im Strang oder Stück unter Druck auskocht.

1164. H. Wünschmann, Limbach i. Sa. Verfahren zur Erzielung größter Weichheit der Kunstseide.

D.R.P. 371 542 Kl. 8k vom 2. X. 1921 (gelöscht).

Die Kunstseide muß beim Verarbeiten zu Wirkware über Paraffin gezogen werden, weil sie sonst nicht geschmeidig genug ist. Durch das vorliegende Verfahren wird der Kunstseidenfaden so weich und geschmeidig, daß er sich ohne Anwendung von Paraffin zu feinsten Maschenware verarbeiten läßt. Das Verfahren besteht darin, daß man die Kunstseide im Strang 1 Stunde lang in eine alkoholische Seifenlösung legt, die durch alkoholische Verseifung pflanzlicher Öle gewonnen wurde, und der man eine kleine Menge Soda beigegeben hat. Eine solche Lösung kommt unter dem Namen Buchol in den Handel. Dann wird vor dem Färben geschleudert und getrocknet.

Patentanspruch: Verfahren zur Erzielung größter Weichheit der Kunstseide, dadurch gekennzeichnet, daß man diese im Strang 1 Stunde lang in eine alkoholische Seifenlösung legt, die durch alkoholische Verseifung pflanzlicher Öle gewonnen wurde, und der man eine kleine Menge Soda beigegeben hat.

Nach Lauffs.

1165. Dr. A. Lauffs, Düsseldorf. Verfahren zum Weich- und Geschmeidigmachen von Kunstfäden.

D.R.P. 375 814 Kl. 29a vom 22. X. 1920 (gelöscht).

Die nach ihrer Behandlung in der Fäll- und Härteflüssigkeit aufgehaspelten, getrockneten Kunstfäden werden ohne vorgängige Weiterbehandlung, d. h. vor der Verarbeitung des Faser- oder Kapillarfadenbündels zum fertigen Kunstfaden, in Form von losen, dicken Strähnen wiederholt zwischen mit hohem Druck zusammengepreßten Mangelwalzen hindurchgeführt und dabei zur Änderung der Druckrichtung zweckmäßig zwischen den einzelnen Durchgängen gewendet. Bei dem Verfahren findet eine Zugbeanspruchung der Fäden nicht mehr statt. Diese werden vielmehr nur noch quer zur Längsrichtung, und zwar vorteilhaft unter stetigem Wechsel in der Druckrichtung, gequetscht, wodurch die Steifigkeit der Kapillarfadenbündel gebrochen und die einzelnen Kapillarfäden voneinander gelöst werden. Dabei ist ein Zerreißen einzelner Kapillarfäden oder Fasern und somit ein Flusigwerden der Fäden ausgeschlossen. Ferner besteht der Vorteil, daß das Verfahren ohne Beeinträchtigung der Güte der Ware maschinell ausgeführt werden kann und daß es nur einen geringen Zeitaufwand erfordert, also einfach und billig ist.

Nach Courtaulds Ltd.**1166. Courtaulds Ltd., London. Verfahren zur Behandlung von Kunstseide.**

D.R.P. 412 164 Kl. 8k vom 18. IX. 1924 (Prior. Großbritannien 7. XII. 1923 und 16. IV. 1924); brit. P. 230 187; franz. P. 586 689.

Es ist bekannt, daß künstliche Zelluloseseide — wobei Viskose-, Kupferoxydammoniak- und Nitrozelluloseseide einbegriffen sind — durch das gewöhnliche Mercerisierverfahren beschädigt wird, wenn man dieses in der beim Mercerisieren von Baumwolle üblichen Weise anwendet.

Es hat sich nun ergeben, daß künstliche Zelluloseseide mit einem Schutzstoff behandelt werden kann, der sie nicht schädigt, z. B. Gelatine oder einem anderen anhaftenden Kolloid, und darauf mit einer alkalischen Lösung, z. B. der üblichen Mercerisierflüssigkeit, sowie endlich mit verdünnter Säure, um das Alkali schnell zu entfernen, und daß dadurch wertvolle Ergebnisse erhalten werden können. Wenn man beispielsweise derartige Seide der angegebenen Behandlung unterwirft und dabei keine oder nur geringe Spannung anwendet, so scheint die Kunstseide eine Strukturveränderung zu erleiden, da die Oberfläche des schließlich erhaltenen Fadens Streifen oder Querwellen bekommt, so daß das von der Oberfläche des Fadens reflektierte Licht gebrochen wird; der ursprüngliche metallische Glanz der Seide verändert sich und die behandelte Seide nähert sich im Aussehen Fäden oder Fasern, die aus natürlicher Seide bestehen und solche enthalten, während die Festigkeit der Seide nicht schädlich beeinflusst wird. Wenn man andererseits die Kunstseide unter Anwendung von Spannung der angegebenen Behandlung unterwirft, so erleidet sie die erwähnte Strukturänderung nicht in demselben Maße, als wenn keine Spannung angewendet wird. Im allgemeinen wechselt die Veränderung in umgekehrter Richtung wie die angewendete Spannung.

Das Verfahren gemäß der Erfindung kann auch angewendet werden, um Mercerisierwirkungen bei gemischten Geweben zu erhalten, die künstliche Zelluloseseide und Baumwolle oder andere mercerisierbare Fasern enthalten. Beispielsweise wird auf die künstliche Seide, die in Verbindung mit Baumwolle oder sonstigen zu mercerisierenden oder mit Ätznatron zu behandelnden Fasern zu einem Gewebe verarbeitet werden soll, ein Stoff der bezeichneten Art aufgebracht, der einen Schutz gegen das Alkali bildet und die künstliche Seide nicht schädigt. Das die so geschützte Kunstseide und die Baumwolle oder andere mercerisierbare Fasern enthaltende Gewebe wird dann vor oder nach vorhergehendem Auswaschen und Bleichen mit der alkalischen Lösung, z. B. der üblichen Mercerisierflüssigkeit, behandelt, wobei man das Gewebe spannt oder nicht. Darauf wird das Alkali mittels verdünnter Säurelösung schnell aus dem Gewebe entfernt. In den Fällen, wo Spannung angewendet wird, erhält man eine glänzende Mercerisierwirkung auf der Baumwolle oder einer sonstigen mercerisierbaren Faser, während die künstliche Seide keine erhebliche Veränderung und keine merkliche Schwächung erleidet.

Wie schon bemerkt, hängt die Veränderung der Zellulosekunstseide in hohem Maße von der angewendeten Spannung ab und ist größer, wenn die Kunstseide oder das Gewebe mit der Mercerisierflüssigkeit ohne Spannung behandelt wird. Die Veränderung ist unter dieser Bedingung von einer erheblichen Zusammenziehung in der Längsrichtung begleitet, die beispielsweise bis zu 20% der ursprünglichen Länge betragen kann. Der Grad der Veränderung des Glanzes kann auch durch den Grad der Spannung während der Behandlung oder während der Trocknung verändert werden und auch durch die Konzentration der benutzten Mercerisierflüssigkeit und die Konzentration der zum Auswaschen des Ätzalkalis benutzten Säure. Zu der Mercerisierflüssigkeit kann als weiteres Schutzmittel für die Kunstseide Glycerin zugesetzt werden. In solchen Fällen, wo man das die geschützte Kunstseide enthaltende Gewebe auswaschen, bleichen oder einfach einweichen will, ehe man es der Mercerisierung oder einer ähnlichen Behandlung unterwirft, kann der Schutzstoff, z. B. die Gelatine, genügend wasserunlöslich gemacht werden, beispielsweise indem man der Lösung des Schutzstoffs Aluminiumacetat zusetzt.

Beispiel 1. Die Kunstseide wird in Strähnen mit Gelatine geschlichtet, indem man sie in eine 1½%ige Gelatinelösung eintaucht, zentrifugiert und trocknet, wobei man dafür sorgt, daß sich die Strähne nicht verwirren. Die geschlichteten Strähne werden dann etwa 3 Minuten in eine Ätznatronlösung vom spez. Gew. 1,300 (60° Tw.) bei einer Temperatur von 33–36° C (60–65° F) eingetaucht, schnell zentrifugiert und unmittelbar in eine 5%ige Schwefelsäurelösung eingetaucht, bis das Ätzalkali vollkommen neutralisiert ist. Die Strähne werden dann gründlich gewaschen und ohne Spannung oder nur mit geringer Spannung getrocknet. Das Verfahren nach dem vorstehenden Beispiel und nach den folgenden Beispielen 2 und 3 liefert auf der künstlichen Seide einen Glanz, der demjenigen entschälter natürlicher Seide ähnlich ist oder sich ihm nähert.

Beispiel 2. Die künstliche Seide wird, nachdem sie vorher auf Spulen gewickelt ist oder als Kette, mit einer Lösung geschlichtet, die 2½% Gelatine und 2½% einer Aluminiumacetatlösung vom spez. Gew. 1,04 (8° Tw.) enthält. Die Kunstseide wird dann entweder allein oder zusammen mit Baumwolle, natürlicher Seide oder einer anderen geeigneten Faser verwebt und das entstandene Gewebe bei einer Temperatur von 33–36° C (60–65° F) durch eine Ätznatronlösung vom spez. Gew. 1,25 (50° Tw.) genommen. Es ist vorzuziehen, das Gewebe vor dem Eingehen in die Ätznatronlösung nicht einzuweichen. Man muß jedoch Sorge tragen, eine gründliche und gleichförmige Einweichung in der Mercerisierflüssigkeit zu sichern, indem man das Gewebe lange genug, beispielsweise etwa 2–3 Minuten, eintaucht. Nach der Behandlung mit der Mercerisierflüssigkeit läßt man das Gewebe sich genügend lange, beispielsweise etwa 5 Minuten, frei zusammenziehen und bringt es dann unmittelbar in eine 5%ige Schwefelsäurelösung, solange, bis das Ätzalkali vollständig neutralisiert ist. Das Gewebe wird dann zwecks Entfernung der Säure gewaschen und kann nachher jeder beliebigen wei-

teren Behandlung unterworfen werden, beispielsweise einer Bleichung und Färbung; es kann ohne Spannung getrocknet und schließlich irgend-einer Endbehandlung unterworfen werden, die nötig ist, um ihm irgend-eine gewünschte Beschaffenheit oder einen gewünschten Griff zu ver-leihen.

Beispiel 3. Die zu einem Gewebe verarbeitete Kunstseide wird in einer Klotzmaschine mit einer 3% igen Gelatinelösung geschlichtet, dann getrocknet und bei 36° C (65° F) durch eine Ätznatronlösung vom spez. Gew. 1,25 (50° Tw.) genommen, die 5 Gewichtsprozent Glycerin enthält. Die Weiterbehandlung ist dieselbe, wie im Beispiel 2 be-schrieben.

Beispiel 4. Wenn man die Erfindung auf gemischte Gewebe an-wendet, die Kunstseide und Baumwolle enthalten, um einen Mercerisier-glanz auf der Baumwolle hervorzurufen und gleichzeitig eine Beschädi-gung der Kunstseide zu vermeiden, so kann man folgende Arbeitsweise benutzen: Die Kunstseide wird in Strähnen mit einer Lösung behandelt, die 1½% Gelatine und 2½% einer Aluminiumacetatlösung vom spez. Gew. 1,04 (8° Tw.) enthält. Das geschlichtete Garn wird dann mit der Baumwolle verwebt, beispielsweise in Streifen oder Mustern auf Baumwollgrund. Um das Höchstmaß an Mercerisierglanz auf der Baum-wolle zu erhalten, wird das Gewebe dann in üblicher Weise eingeweicht oder eingeweicht und gebleicht. Wenn aber das Mengenverhältnis der Kunstseide zur Baumwolle groß ist, kann es wünschenswert sein, das ungebleichte Gewebe ohne vorheriges Einweichen oder Bleichen oder beide Behandlungen weiter zu verarbeiten. In jedem Falle wird das Gewebe dann bei 36—39° C (65—70° F) durch eine Ätznatronlösung vom spez. Gew. 1,24 (48° Tw.) geführt. Wenn man das Gewebe bei seinen ursprünglichen Abmessungen unter Spannung hält, wie mit einem ge-wöhnlichen Mercerisierspanner, so behält die künstliche Seide ihren ursprünglichen Glanz und die Baumwolle nimmt wie gewöhnlich einen erhöhten Glanz an. Nachdem das Gewebe genügend lange unter Auf-rechterhaltung der Spannung mit der erwähnten Lösung in Berührung geblieben ist, wird es unmittelbar in 4- oder 5% ige Schwefelsäure oder Salzsäure gebracht und, nachdem alles Alkali neutralisiert ist, mit Wasser gewaschen, getrocknet und in beliebiger Weise fertiggestellt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Behandlung von Zellulose-kunstseide (einschließlich Viskose-, Kupferoxydammoniak- und Nitro-zelluloseseide), dadurch gekennzeichnet, daß die Kunstseide mit einem Schutzstoff, wie Gelatine oder einem anderen anhaftenden Kolloid, dann mit einer Alkalilösung, wie der gewöhnlichen Mercerisierflüssigkeit, und darauf mit verdünnter Säure zur schnellen Entfernung des Alkalis be-handelt wird.

2. Verfahren zur Hervorbringung von Mercerisierwirkungen auf ge-mischten Geweben, die aus mercerisierbarer Zellulosefaser und künst-licher Zelluloseseide (einschließlich Viskose-, Kupferoxydammoniak- und Nitrozelluloseseide) zusammengesetzt sind, dadurch gekennzeichnet, daß man die Kunstseide mit einem Schutzstoff, wie Gelatine oder einem anderen anhaftenden Kolloid, behandelt, die so behandelte Seide alsdann

in geeigneter Weise mit der mercerisierbaren Zellulosefaser vereinigt und die vereinigten Kunstseide- und mercerisierbaren Fasern mit einer Mercerisierflüssigkeit und darauf mit verdünnter Säure zur schnellen Entfernung des Alkalis behandelt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mercerisierflüssigkeit mit einem Zusatz von Glycerin verwendet wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1—3, dadurch gekennzeichnet, daß für die Kunstseide ein Schutzstoff verwendet wird, der mehr oder weniger wasserunlöslich gemacht ist.

Nach Paverin A.-G.

1167. Paverin A.-G., Charlottenburg. Verfahren zur Kräuselung von Kunstseide und ähnlichen künstlichen Fäden.

D.R.P. 406 506 Kl. 29b vom 8. X. 1922.

Es ist ein Vorteil, wenn man Kunstseide und ähnlichen künstlichen Textilprodukten eine Kräuselung geben kann, weil hierdurch die Füllkraft der Fäden größer wird, und sie sich besser für Textilizwecke verwenden lassen. Die vorliegende Erfindung ermöglicht es, im allgemeinen Kunstseidefäden eine Kräuselung zu geben.

Das Verfahren besteht darin, daß man die ganz oder teilweise fertigen Strähne, z. B. vor, nach oder während des Bleichens, einer Nachbehandlung unterwirft, und zwar derart, daß man zuerst eine Quellung der Fäden durch geeignete Bäder hervorruft und nachher eine Entquellung oder Schrumpfung bewirkt. Nach dem Trocknen ohne Spannung haben die Fäden alsdann eine schöne Kräuselung. Als erstes Quellungsbad kann man z. B. Lösungen von Stoffen, welche bei geeigneter Verwendung auch Zellulose lösen können, z. B. eine wäßrige Lösung von Zinkchlorid, Rhodaniden oder Alkalilauge, oder Mischungen dieser Lösungen verwenden. Als Entquellungs- oder Schrumpfungsbad kann man z. B. Salzlösungen oder eine Lösung einer anorganischen oder organischen Säure, wasserentziehende Stoffe, Aceton, Alkohol verwenden oder auch Mischungen davon. Die Behandlung kann nach Bedürfnis sowohl in der Kälte als in der Wärme stattfinden, nach der Behandlung wird ausgewaschen und ohne Spannung getrocknet.

Beispiel 1. Die ganz fertigen gebleichten Strähne aus Viskose u. dgl. werden 10 Minuten in 5% iger Natronlauge umgezogen, darauf ausgewaschen, weiter mit 5% iger Schwefelsäure nachbehandelt und wieder ausgewaschen. Nach dem Trocknen ohne Spannung erzielt man eine schöne Kräuselung. Will man etwas weniger Kräuselung, so nimmt man die Lösungen schwächer, z. B. 3% ige Natronlauge und 3% ige Schwefelsäure.

Beispiel 2. Die ganz fertigen gebleichten Strähne aus Viskose u. dgl. werden 10 Minuten in 5% iger Natronlauge umgezogen, darauf ausgewaschen und nachher mit 5% iger Essigsäure nachbehandelt, gewaschen und ohne Spannung getrocknet.

Beispiel 3. Die ganz fertigen gebleichten und gewebten Stücke aus Viskose u. dgl. werden einige Minuten in eine 10% ige Zinkchloridlösung getaucht, darauf ausgewaschen und mit einer 5% igen Kochsalzlösung nachbehandelt, gewaschen und getrocknet.

Beispiel 4. Die ganz fertigen gebleichten Strähne aus Viskose u. dgl. werden 30 Minuten in 15% ige Alkalirhodanidlösung eingehängt, darauf ausgewaschen und mit 3% iger Salzsäure nachbehandelt.

Beispiel 5. Die ganz fertigen gebleichten Strähne oder Gewebe aus Viskose u. dgl. werden 30 Minuten in 15% ige Alkalirhodanidlösung eingehängt, wie in Beispiel 4, aber nach dem Auswaschen werden sie mit starkem Alkohol als wasserentziehendem Mittel zum Zwecke des Schrumpfens nachbehandelt.

Bei schwefelhaltigen ungebleichten Kunstseidefäden könnte man natürlich auch das Quellungsmittel z. B. der Natriumsulfidlösung zugeben, sofern die zwei Lösungen nicht reagieren. Auch könnte man die ganze Behandlung vor dem Bleichen stattfinden lassen.

Patentanspruch: Verfahren zur Kräuselung von Kunstseide und ähnlichen künstlichen Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß man das Produkt einer Nachbehandlung unterwirft, bei welcher man zuerst eine Quellung mittels geeigneter Lösungen, welche unter geeigneten Umständen die Zellulose zu lösen vermögen, wie z. B. Alkalilauge, Zinkchlorid- oder Rhodanidlösungen oder Mischungen derselben, und nachher eine Schrumpfung mittels geeigneter Flüssigkeiten oder Lösungen, z. B. Salzlösungen oder anorganischer oder organischer Säurelösungen oder wasserentziehender Mittel, wie Alkohol, Aceton usw., vornimmt und schließlich ohne Spannung trocknet.

Nach Calico Printers' Association Ltd. und Roberts.

1168. Calico Printers' Association Ltd., Manchester, und F. Roberts, Accrington. Fertigmachen von Geweben.

Brit. P. 215 860 vom 22. II. 1923.

Gewebe aus Acetat-, Viskose- oder anderer Kunstseide, auch Mischgewebe mit anderen Fasern werden zur Erzielung von Brokateffekten und um beim Färben besondere Effekte zu erzielen, mit anderen mercerisierenden Mitteln behandelt als Ätznatron. Geeignet sind Schwefel-, Phosphor-, Salz-, Salpetersäure, Chlorzink, Kupferoxydammoniaklösung, Kalziumthiocyanatlösung.

Nach Köln-Rottweil A.-G.

1169. Köln-Rottweil A.-G., Berlin. Verfahren zur Behandlung von Kunstfasern aus Zellulose für eine weitere Verarbeitung in Käm- und Spinnprozessen.

D.R.P. 382 467 Kl. 29b vom 30. IV. 1921 (gelöscht).

Die Behandlung bereits fertiger künstlicher Fäden mit anorganischen Säuren ebenso wie deren Nachbehandlung mit Fettsäuren (zwecks Erhöhung der Elastizität und des Glanzes) ist bekannt. Zu einem ähnlichen Zweck wird allgemein bei der Herstellung von Kunstfasern aus Zellulose-

lösungen am Schluß ein Seifenbad gegeben. Es hat sich gezeigt, daß dieses Seifenbad nicht immer ausreicht, um der Kunstfaser diejenigen Eigenschaften zu verleihen, die sie für eine ungestörte Durchführung des Kämm- und Spinnprozesses haben soll.

Die Erfindung betrifft eine an Stelle oder nach dem Seifenbade einsetzende Behandlung der Fasern mit verdünnten Lösungen niederer Fettsäuren oder Gemischen solcher, insbesondere Essigsäure, Ameisensäure (Holzessig). Man gibt z. B. nach Fertigstellung, d. h. Seifen der Kunstfaser, noch eine weitere, aus einer $\frac{1}{2}\%$ igen Essigsäure bestehende Wäsche bei gewöhnlicher oder erhöhter Temperatur. Die Faser wird z. B., nachdem sie geseift und geschleudert ist, in losen Strähnen in ein Bad von $\frac{1}{2}\%$ iger Essigsäure gegeben und darin von Hand oder mechanisch gründlich umgezogen. Es wird alsdann erneut geschleudert und fertig getrocknet. Die Faser zeigt nach dieser Behandlung einen eigenartigen, jedoch sehr weichen Griff.

Patentanspruch: Verfahren zur Behandlung von Kunstfasern aus Zellulose für eine weitere Verarbeitung in Kämm- und Spinnprozessen, dadurch gekennzeichnet, daß die Fasermassen statt oder nach dem Seifenbade einer Wäsche in verdünnten, wäßrigen Lösungen niederer Fettsäuren unterworfen werden.

1170. Köln-Rottweil A.-G., Berlin. Vorbehandlung von Kunstfasern für den Spinnprozeß.

D.R.P. 417 336 Kl. 29a vom 2. XI. 1922.

Es ist bekannt, daß Kunstfasern, z. B. Viskosefasern, die sog. Schmalzen, da diese mit Wasser mehr oder weniger quellbar sind, nicht gleichmäßig aufnehmen, wodurch Störungen im Spinnprozeß hervorgerufen werden.

Es hat sich gezeigt, daß man diese ungünstigen Verhältnisse vermeiden kann, wenn man der Faser schon im letzten Stadium ihrer Herstellung gewisse wäßrige Lösungen oder Emulsionen von Körpern zusetzt, die eine ähnliche günstige Wirkung auf die Faser beim Spinnvorgang ausüben, ohne zu einer Verklebung der Fasermassen zu führen. Als besonders geeignete Körper dieser Art haben sich mehrwertige Alkohole, wie Glycerin, Äthylenglykol, Zuckerarten in Verbindung mit schwachen, möglichst neutralen Seifenlösungen erwiesen. Um die Faser damit auszurüsten, ist es nur nötig, die noch feuchten Fasermassen vor der schließlichen Trocknung einige Zeit mit einer Lösung dieser Körper in Wasser zu behandeln, wobei die wäßrigen Lösungen so konzentriert gewählt werden müssen, daß der beabsichtigte Gehalt an den genannten Körpern schließlich auf der Faser zurückbleibt. Die Behandlung der Faser findet nach beendeter Koagulation und der sich anschließenden Nachbehandlung, und zwar vor dem Fertigtrocknen statt.

Beispiel. Fasern, die mittels ungeroifter Viskose aus ungeroifter Alkalizellulose in einer Stärke von 2–3 Deniers gewonnen sind, werden mit einer Lösung von 0,7% Glycerin und 0,1% Seife in Wasser gründlich durchtränkt und hernach getrocknet. Die Fasermasse fällt bei geeigneter

Behandlung leicht auseinander und kann ohne weiteres auf die Vorbereitungsmaschinen zum Spinnen genommen werden.

Patentanspruch: Vorbehandlung von Kunstfasern für den Spinnprozeß, dadurch gekennzeichnet, daß man die Fasermasse nach beendeter Koagulation und folgender Nachbehandlung vor der Fertigtrocknung mit wäßrigen Lösungen von mehrwertigen Alkoholen (z. B. Glykol, Glycerin usw.) auch Zuckern und Seife, also mit Schmelzmitteln, behandelt.

Nach Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“.

1171. Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“, Paris. Verfahren zum Entleimen von Acetatseide, sowie zum Entbasten und Entleimen aus roher Naturseide und Acetatseide bestehender Mischgewebe.

D.R.P. 395 829 Kl. 8 m vom 17. VI. 1923 (Prior. Frankr. 26. X. 1922); franz. P. 569 488; brit. P. 206 113 (Société Chimique des Usines du Rhône).

Die gesponnene Kunstseide aus Zelluloseacetat wird im allgemeinen durch Leimen für das Weben vorbereitet, wodurch die Fäden der natürlichen Rohseide mehr oder weniger ähnlich gemacht werden. Der Leim muß nach dem Verweben entfernt werden, bevor man zum Färben schreiten kann. Das Leimen geschieht auf mannigfache Weise; die Verfahren, die für das Verweben am geeignetsten sind, also bevorzugt werden, sind diejenigen, bei denen der Leim nur schwer wieder entfernt werden kann. Es ist hierzu nötig, die Gewebe mit heißer Seife zu behandeln, was sehr schädlich ist; die Acetatfäden verlieren hierbei einen Teil ihrer Widerstandsfähigkeit und ihren Glanz, werden also matt.

Die aus roher Naturseide und Acetatseide hergestellten Mischgewebe müssen ebenfalls vor dem Färben oder Bleichen zunächst energisch behandelt werden. Zum Entbasten der Naturseide verwendet man ein sehr heißes Seifenbad, das von der Acetatseide nicht vertragen wird. Es ist also nötig, das Acetat gegen den verderblichen Einfluß dieser Bäder zu schützen. Es ist zudem unerlässlich, daß diese Bäder neutral sind und Alkali in keiner Form enthalten, da sonst das Acetat angegriffen wird. Es muß also beim Entbasten ein Zusatz von Soda, der sonst oft zur Beschleunigung der Behandlung angewendet wird, durchaus vermieden werden. Es ist nun wesentlich, daß die Stoffe, die das Acetat schützen sollen, die Seife nicht am Schäumen hindern. Andernfalls wäre die Seife wirkungslos und das Entbasten wie das Entleimen würde gar nicht oder nur unvollkommen bewirkt. Ein Stoff, der diese Bedingungen erfüllte, war bisher nicht bekannt, und es war also nicht möglich, ein stark geleimtes Gewebe aus Acetatseide zu entleimen oder ein Mischgewebe aus Acetatseide und natürlicher Rohseide zu entleimen und zu entbasten.

Es ist nun gefunden worden, daß ein Zusatz neutraler Kalisalze (Chlorid, Sulfat, zweibasisches Phosphat usw.) zu den Bädern den gewünschten Zweck vollständig erfüllt. Die Kalisalze haben (im Gegensatz zu den Salzen anderer Metalle) die merkwürdige Eigenschaft, die Seife nicht am Schäumen zu hindern; sie schützen durchaus die Zellulose-

acetatfaser, die nach der Behandlung alle ihre Eigenschaften beibehält, selbst wenn eine Temperatur von 100° angewendet worden ist.

Beispiel 1. Ein Gewebe aus Acetatseide, stark geleimt, wird in einem Bade, dessen Menge dem 20–60fachen Gewicht des Gewebes entspricht, und das 0,5–2% neutrale Marseillerseife und 5% Chlorkalium enthält, umgezogen. Man erhitzt auf $95\text{--}100^{\circ}$, bis die Appretur entfernt ist, was etwa 30–60 Minuten dauert, und wäscht dann gründlich mit reinem Wasser.

Beispiel 2. Man ersetzt im Beispiel 1 das Kaliumchlorid durch ein anderes neutrales Kalisalz (Sulfat, zweibasisches Phosphat usw.).

Beispiel 3. Ein Gewebe aus roher Naturseide und Acetatseide wird in einem Bade umgezogen, das 0,5–2% neutrale Marseillerseife und 10% Kaliumchlorid, -sulfat oder ein anderes neutrales Kalisalz enthält. Man behandelt bei $90\text{--}100^{\circ}$, bis der Bast der Rohseide und die Appretur der Kunstseide entfernt sind, was nach 30–60 Minuten der Fall ist. Man spült dann in reinem Wasser.

Die angegebenen Mengen von Kalisalz stellen übrigens keine Mindestmenge dar; geringe Mengen haben ebenfalls günstigen Einfluß auf die Erhaltung der Zelluloseacetatseide.

Wenn die Rohseide viel Bast enthält, so kann ein zweites schwächeres Seifenbad erforderlich sein, das nachher verstärkt als erstes Bad dienen kann.

Patentanspruch: Verfahren zum Entleimen von Acetatseide sowie zum Entbasten und Entleimen aus roher Naturseide und Acetatseide bestehender Mischgewebe, dadurch gekennzeichnet, daß den Seifenbädern ein neutrales Kalisalz zugesetzt wird.

Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek.

1172. N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Arnhem, Holland. Verfahren zur Behandlung von Kunstseide und anderen künstlichen Textilprodukten aus Viskose.

D.R.P. 400 743 Kl. 29b vom 13. IX. 1923.

Es kommt öfters vor, daß Kunstseide und andere künstliche Textilfäden, welche aus Viskose gesponnen sind, mangelhaften Glanz zeigen, insbesondere treten z. B. öfters Flecken auf, deren Ursache nicht immer klar ist und die der Qualität des gesponnenen Produktes in hohem Maße schaden. Um diese Flecken zu beseitigen, gibt es bis jetzt kein Mittel, daß immer guten Erfolg hat.

Durch vorliegende Erfindung wird jetzt ein Verfahren bekannt gegeben, durch welches es gelingt, fleckenfreie Kunstfäden zu spinnen, und zwar dadurch, daß man die Fäden einer Behandlung mit Fluorwasserstoffsäurelösung unterzieht. Man kann die Behandlung z. B. nach der Koagulierung der Viskose in einem zweiten Nachbehandlungsbade stattfinden lassen, wo die auf Spulen gewickelten Fäden rundlaufen, oder man kann auch schon zum Spinnbade die Flußsäure zugeben. Schließlich kann man auch die ganz fertigen Strähne mit einer verdünnten Flußsäurelösung behandeln, nachher waschen und wieder trocknen. Die

zur Behandlung verwendete Lösung muß natürlich ziemlich verdünnt sein; einige Prozent genügen schon, um den gesuchten Effekt hervorzurufen.

Beispiel 1. Die ganz fertigen Strähne, welche mangelhaften Glanz oder Flecke zeigen, werden während kurzer Zeit, z. B. 5 Minuten, in einer Flußsäurelösung untergetaucht, danach schnellstens ausgewaschen und getrocknet.

Beispiel 2. Die Viskose wird in einem Spinnbade gesponnen, das neben den gewöhnlichen Bestandteilen, wie Mineralsäure und Salze, 2–5% HFl enthält.

Beispiel 3. Die schon vorkoagulierten Fäden werden in einem zweiten Nachkoagulierungsbad, in welchem die Spule oder der Haspel rundläuft, und das 2–5% HFl enthält, nachbehandelt.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Behandlung von Kunstseide und anderen künstlichen Textilprodukten aus Viskose, dadurch gekennzeichnet, daß man das gesponnene Produkt der Einwirkung einer Fluorwasserstoffsäurelösung unterwirft.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die schon vorkoagulierten Fäden in einem zweiten Nachkoagulierungsbad der Flußsäurewirkung unterwirft.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man schon im Spinnbade die Flußsäure zugibt.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die ganz fertigen Kunstseidesträhne einer Nachbehandlung mittels Flußsäurelösung unterzieht.

Nach Cross und Viscose Development Co. Ltd.

1173. C. F. Cross, London, und Viscose Development Co. Ltd., Bromley. Verhüten des Dehydratisierens von Zellulosehydratfäden.

Brit. P. 236 336 vom 12. V. 1924.

Das Hydratwasser wird durch Glycerin verdrängt und durch ein oder mehrere zerfließliche Salze, die dem Material einverleibt werden, absorbiert. Entfernt man dann diese Salze durch Waschen, so schrumpft das Produkt beim Trocknen, was zu Kreppeffekten führt. Gewöhnlich verwendet man Glycerin und Chlorzink; eine Base oder Zinkacetat setzt man zur Neutralisation des Zinkchlorids zu. Auch Kalzium- oder Magnesiumchlorid, gegebenenfalls unter Zusatz von Kalzium- oder Magnesiumacetat, können verwendet werden. Durch verschieden starke Lösungen kann der verbleibende Grad der Hydratisierung und das Schrumpfen eingestellt werden.

Nach Dreaper.

1174. W. P. Dreaper, London. Verbesserungen in der Herstellung und Behandlung künstlicher Textilfäden organischen Ursprungs.

Brit. P. 175 746 vom 19. XI. 1920.

Die Stapelfaser ist durch ihre offene Form außerordentlich entflammbar. Um sie weniger entzündlich zu machen, wird die Faser, ehe sie

zerschnitten wird, vor dem Trocknen oder solange sie sich noch im Gelzustande befindet, mit einem geeigneten Wolframat behandelt, welches in Essigsäure gelöst ist. Nach dem Abschleudern und Trocknen hinterbleibt ein unlösliches Wolframat. Will man neben der schwereren Entflammbarkeit auch eine höhere Wasserfestigkeit erzielen, so erzeugt man auf der Faser Tonerde wolframat in der Weise, daß man mit einem Gemisch aus Tonerdeacetat und Natriumwolframat behandelt. Eine Behandlung mit Formaldehyd kann damit verbunden werden.

Nach Merckens.

1175. Guill. Merckens und Gust. Merckens. Verfahren zur Herstellung unentflammbarer und nichtexplosiver künstlicher Seide, künstlichen Haars, Strohs u. a. m.

Franz. P. 550 146 vom 20. VIII. 1921.

Bei der Herstellung genannter Gebilde aus Kollodium oder anderen Zelluloseverbindungen wird den Spinnlösungen Selenoxychlorid zugesetzt, oder es wird mit Selenoxychloridlösungen nachbehandelt.

Nach Lavaud.

1176. R. Lavaud, Brüssel. Feuersicher machen von Kunstseide.

Brit. P. 227 855 vom 16. I. 1925 (Prior. 16. I. 1924).

Man tränkt Kunstseide mit einer Lösung von Ammoniumkarbonat, Ammoniumsulfat, Borsäure, Borax und Stärke.

Außer auf künstliche Seide haben die sie herstellenden Fabriken die Lösungen von Zellulose, Zelluloseabkömmlingen usw. auch auf künstliches Roßhaar, Kunststroh, künstlichen Hanfbast u. a. m. verarbeitet. Auch Nachahmungen weitmaschiger Gewebe hat man aus den zur Kunstseidefabrikation benutzten Lösungen hergestellt, und das wohl wichtigste neue Produkt ist die als Wolle- und Baumwollersatz oder -streckungsmittel gedachte Stapelfaser. Für diese Produkte kommen die nachfolgenden Patente in Betracht.

e) Die Herstellung künstlichen Roßhaares, künstlichen Haares, künstlicher Borsten u. dgl.

Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.

1177. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Frankfurt a. M. Verfahren zur Herstellung von künstlichem Roßhaar.

D.R.P. 125 309 Kl. 29b vom 7. VIII. 1900 (gelöscht); brit. P. 20 461¹⁹⁰⁰; österr. P. 5195 Kl. 29; Ver. St. Amer. P. 680 719.

Die bekannten Lösungen von Zellulose, Nitrozellulose, Zellulosederivaten überhaupt für sich oder mit anderen Stoffen gemischt, welche geeignet sind, durch Einwirkung einer Fällflüssigkeit oder auch an der

Luft einen fortlaufenden Faden zu erzeugen, geben auch das Ausgangsmaterial für die Herstellung künstlicher Roßhaarfäden. Das natürliche Roßhaar besteht bekanntlich aus einem ungezwirnten, geschlossenen ziemlich dicken Faden. Sucht man einen künstlichen Roßhaarfaden aus obigen Stoffen dadurch herzustellen, daß man ihn aus einer der Dicke des natürlichen Roßhaares entsprechenden Ausflußöffnung unter Berücksichtigung des Schwindmaßes bildet, so zeigt dieser Faden den Übelstand, daß er nur geringe Zugfestigkeit besitzt und spröde ist. Ein Knüpfen dieses Einzelfadens und ein Zusammenknüpfen mehrerer Fäden ist unmöglich, weil er an den geknüpften Stellen ungemein leicht abreißt.

Durch nachstehendes Verfahren wird dieser Übelstand behoben. An Stelle der Erzeugung eines einzelnen dicken Fadens aus oben genannten Stoffen teilt man den Faden in zwei oder mehr entsprechend dünne (jedoch etwas dickere, als bei der Herstellung künstlicher Seide in Anwendung kommende) Fäden, welche man sofort und unmittelbar nach dem Austreten aus dem Spinnröhrchen in eine Erstarrungsflüssigkeit oder Luft zu einem Faden zusammenlaufen läßt. Diese Vereinigung muß so kurze Zeit nach dem Austritte aus dem Spinnröhrchen geschehen, daß die einzelnen Fäden noch die Fähigkeit besitzen, sich gegenseitig so zu verschmelzen, daß sie einen vollständig geschlossenen dicken, roßhaarähnlichen Faden bilden. Dieser künstliche Roßhaarfaden wird in bekannter Weise weiter behandelt, u. U. denitriert, gefärbt und bietet einen vollkommenen Ersatz für das natürliche Roßhaar. Dadurch ist der Roßhaarfaden auch geeignet (insbesondere auch durch seine unbeschränkte Länge) zum Verweben in der Textilindustrie und mit Leuchtsalzen imprägniert zu Glühstrümpfen und karbonisiert zu Glühfäden verwendet werden zu können.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichem Roßhaar, dadurch gekennzeichnet, daß man zwei oder mehr künstliche Fäden aus Lösungen von Zellulose, Nitrozellulose oder Zellulosederivaten, die etwas dicker sind als die Fäden bei der Herstellung künstlicher Seide, unmittelbar nach ihrer Bildung zusammenlaufen läßt, so daß die Fäden noch die Fähigkeit besitzen, sich gegenseitig zu einem vollständig geschlossenen Einzelfaden zu vereinigen.

Das brit. P. 20 461¹⁹⁰⁰ beschreibt eine Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens.

1178. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Frankfurt a. M. Verfahren zur Herstellung von künstlichem Pferdehaar.

D.R.P. 129 420 Kl. 29b vom 2. X. 1900 (gelöscht); brit. P. 17 759¹⁹⁰⁰; österr. P. 8359; Ver. St. Amer. P. 713 999.

Das Verfahren ist aus den Patentansprüchen deutlich zu erkennen:

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von künstlichem Pferdehaar, dadurch gekennzeichnet, daß ein Faden von der dem Pferdehaar entsprechenden Dicke aus Baumwolle, Ramie, Zellulose, Viskose, Nitrozellulose, künstlicher Seide od. dgl. durch ein entsprechendes bekanntes Lösungsmittel, wie Kupferoxydammoniak, Chlorzink, Äther-Alkohol oder Schwefelsäure, hindurchgeführt und dadurch die einzelnen

Fasern des Fadens so erweicht oder aufgelöst werden, daß sie sich zu einem einzigen vollkommen homogenen Faden von glatter, geschlossener Oberfläche vereinen, wonach dieser Faden durch eine Erstarrungsflüssigkeit gezogen oder der Luft ausgesetzt wird, um die weitere Einwirkung des Lösungsmittels aufzuheben und die Form des geschlossenen Fadens zu erhalten.

2. Eine Ausführungsform, bei welcher der nach dem Verfahren des Anspruchs 1 gewonnene Faden mit Gummilösung, Gelatine oder Kollodium weiterbehandelt wird, um etwaige fehlerhafte Stellen des Fadens zu verbessern.

1179. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Kelsterbach a. M. Verfahren zur Herstellung geschlossener roßhaarähnlicher Fäden aus Abfällen von gezwirnten Kunstfäden mittels gelöster Nitrozellulose oder Zellulose.

D.R.P. 181 784 Kl. 29b vom 31. I. 1905 (gelöscht).

Durch Zusammenlaufenlassen mehrerer noch weicher und klebender künstlicher Fäden unmittelbar beim Spinnen oder durch Aufquellenlassen eines stärkeren, aus mehreren Einzelfäden bestehenden fertigen Fadens in geeigneten Lösungsmitteln und Zusammenkleben der Einzelfäden zu einem geschlossenen Faden hat man bis jetzt runde Fäden erzeugt, welche an Aussehen dem Roßhaar ähnelten und dieses wohl auch an Glanz übertrafen. Man hat auch versucht, den fertigen gezwirnten Kunstseidefaden des Handels mit einem Klebstoff, der die einzelnen Fasern zusammenkittet, zu imprägnieren und damit einen geschlossenen Faden zu erzeugen.

Die vorliegende Erfindung bezweckt demgegenüber, aus Abfällen von gezwirnten Kunstseidefäden, welche einen haarigen Charakter zeigen und deshalb schwierig verwertbar sind, geschlossene Fäden herstellen, deren Aussehen dem des künstlichen Roßhaares sehr nahe kommt, die dabei aber wesentlich mehr Glanz aufweisen als die bisher aus gezwirnten Kunstseidefäden auf analoge Weise hergestellten roßhaarähnlichen Fäden. Diese mindere Sorte Kunstseide, Glanzstoff u. dgl. entzwirnt man, und zwar u. U. mehrere Fäden zusammen, auf einer beliebigen Zwirnmaschine bis auf einige Drehungen auf den Meter durch sog. Aufzwirnen. Der so gewonnene neue aufgedrehte Faden wird nun in bekannter Weise durch einen Behälter gezogen, in welchem sich Kollodium befindet. Er wird damit durchtränkt und bei seinem Austritt aus dem Behälter durch Abstreifen von dem Überschuß an Kollodium befreit. Nach längerer Führung durch die Luft erstarrt das anhängende Kollodium. Der runde, geschlossene Faden wird nunmehr auf Haspeln oder Spulen langsam (um ein Kleben zu verhüten) aufgewickelt und darauf getrocknet. Er kann dann denitriert und gefärbt werden, ohne aufzugehen. An Stelle des Kollodiums können auch andere bekannte wasserfeste Vereinigungsmittel genommen werden, z. B. Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak oder Chlorzink, Viskose und Zellulose-tetraacetat. Da in diesen Fällen ein Erstarren an der Luft nicht erfolgt, so muß man den Faden noch durch geeignete Säuren,

Chlorammoniumlösung u. dgl. führen, um die Zellulose auszufällen. Nach darauffolgendem Waschen und Trocknen ist der Faden gleichfalls gebrauchsfähig.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung geschlossener roßhaarähnlicher Fäden aus Abfällen von gezwirnten Kunstfäden mittels gelöster Nitrozellulose oder Zellulose, darin bestehend, daß die vorhandene Zwirnung derartiger Abfälle durch entgegengesetzte Drehung aufgehoben wird und die Fäden hierauf in an sich bekannter Weise mit gelöster Nitrozellulose oder Zellulose zum Zweck einer festen gleichmäßigen Vereinigung getränkt werden.

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

1180. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung dicker, roßhaarartiger Fäden oder Filme aus einer Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak.

D.R.P. 186 766 Kl. 29 b vom 25. XI. 1904 (gelöscht); österr. P. 32 377; Ver. St. Amer. P. 856 857; franz. P. 351 206; brit. P. 1284¹⁹⁰⁵.

Es war bisher üblich, Zellulose aus Lösungen mittels saurer Fällungsmittel, z. B. Essigsäure oder Schwefelsäure von 30—65%, also unter Zersetzung des Lösungsmittels, abzuscheiden unter gleichzeitiger Formung der Zellulose in die gewünschten Gebilde. Diese Verfahren genügten zur Erzeugung von feinen, als künstliche Seide bekannt gewordenen Fäden, nicht aber von brauchbaren dicken, roßhaarartigen Gebilden oder von Filmen, da solche stets spröde und glanzlos ausfielen.

Es wurde nun gefunden, daß solche Gebilde, wenn sie unter Verwendung von Basen verschiedener Art, insbesondere konzentrierter Kali- oder Natronlauge, als Fällungsmittel erzeugt werden, den mit Säure erhaltenen gegenüber wesentliche Unterschiede aufweisen. Sie sind nämlich im Gegensatz zu diesen elastisch, glanzreich und in einem hohen Grade wasserfest, somit technisch sehr wertvoll. Im rohen Zustande sind die durch Alkali gewonnenen Abscheidungen kupferhaltig und demnach gefärbt. Ist diese Färbung störend, so kann das Kupfer z. B. mit Säuren entfernt oder die blaue Farbe der kupferhaltigen Gebilde durch Behandlung mit Schwefelwasserstoffgas, schwefliger Säure, Chromsäurelösung u. dgl. in bekannter Weise beseitigt oder verändert werden.

Bei den bekannten Verfahren war es nicht möglich, einen dicken, harten, brauchbaren Faden aus einem Gusse zu erzeugen. Bei Berücksichtigung der großen Unterschiede in der Beschaffenheit feiner und dicker Fäden bei Anwendung des bisher gebräuchlichen Fällmittels, der Schwefelsäure, mußte der Fachmann, welcher das Verfahren zur Herstellung feiner Fäden mit Hilfe von Alkalilauge kannte, annehmen, daß auch in dem vorliegenden Falle ähnliche Unterschiede auftreten würden. Daß dem nicht so ist, und daß überraschenderweise dicke Fäden in diesem Fall ganz ausgezeichnete und wertvolle Eigenschaften besitzen, welche die Herstellung dicker Fäden durch Zusammenkleben mehrerer feiner Fädchen überflüssig und entbehrlich machen, war eine neue Erkenntnis von großer technischer Bedeutung.

Beispiel 1. 240 kg nach dem Verfahren der Patentschrift 119 098¹⁾ vorbereitete Zellulose werden z. B. in 3000 l Kupferoxydammoniak in bekannter Weise bei niederer Temperatur gelöst und durch Kapillarröhrchen von entsprechender Weite — etwa 0,5 mm — in konzentrierte Natronlauge von etwa 30% ausgepreßt. Der entstandene Kupferzellulosefaden wird aufgespult, durch Waschen von anhängender Natronlauge befreit und unter Spannung getrocknet.

Beispiel 2. Kupferoxydammoniakzellulose, hergestellt nach dem Verfahren der Patentschrift 98 642²⁾, wird durch schlitzförmige Öffnungen in Natronlauge eingebracht. Nach erfolgter Gerinnung wird der entstandene Film gewaschen, zwischen Papierblätter gelegt und mit diesen fest um einen starren Zylinder gerollt oder gepreßt, so daß eine Formveränderung nicht eintreten kann.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung dicker, roßhaarartiger Fäden oder Filme aus einer Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak, darin bestehend, daß diese Lösung aus entsprechend weiten runden oder schlitzförmigen Öffnungen in konzentrierte Basenlösungen, wie konzentrierte Natron- oder Kalilauge, eingebracht und die dabei erhaltenen wasserfesten kupferhaltigen Gebilde in üblicher Weise von Natronlauge befreit und, durch Spannen vor Formveränderung geschützt, bei gewöhnlicher Temperatur getrocknet werden.

1181. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung dicker, roßhaarartiger Fäden oder Filme aus einer Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak.

R.D.P. 188 113 Kl. 29b vom 17. I. 1905, Zus. z. P. 186 766 vom 25. XI. 1904 (gelöscht); österr. P. 33 277; brit. P. 1745¹⁹⁰⁵; franz. P. 351 207; Ver. St. Amer. P. 804 191.

Durch das Patent 173 628³⁾ ist ein Verfahren geschützt, nach welchem Kupferoxydammoniakzelluloselösungen durch verdünnte Natronlauge behufs Herstellung feinsten nicht opalisierender Fädchen gefällt werden. Das Verfahren versagt, wenn es sich darum handelt, dicke, roßhaarähnliche Fäden oder Filme herzustellen. Andererseits gelingt es leicht, solche nach dem Verfahren des Hauptpatents 186 766 (s. vorstehend) zu erhalten. Dabei hat es sich gezeigt, daß es keineswegs gleichgültig ist, wie die erhaltenen Gebilde weiter behandelt werden. Entfernt man von dem frischgefällten Gebilde sofort die anhängende Natronlauge durch geeignetes Waschen, so entstehen wohl Gebilde, welche größere Wasserfestigkeit und Elastizität als die bisher bekannten besitzen, doch sind diese wertvollen Eigenschaften noch einer wesentlichen Steigerung fähig, wenn die Gebilde nachfolgend beschriebenen Verfahren unterworfen werden.

Dieses Verfahren besteht darin, daß die Gebilde nach der Fällung nicht sofort gewaschen werden, sondern noch einige Zeit in der Fällflüssigkeit verbleiben oder auch mit frischer konzentrierter Natronlauge weiter behandelt werden. Im ersteren Falle ist durch geeignete Zufuhr frischer konzentrierter Natronlauge dafür zu sorgen, daß der Ammoniak-

¹⁾ Siehe S. 255.

²⁾ Siehe S. 183.

³⁾ Siehe S. 195.

gehalt der Natronlauge nicht über 60 g im Liter Lauge steigt, da die Gebilde sonst infolge beginnender Wiederauflösung eine rauhe Oberfläche annehmen. Das Belassen in der ammoniakhaltigen oder frischen konzentrierten Natronlauge muß um so länger dauern, je dicker die Gebilde sind, entsprechend dem größeren Widerstand, den sie dem Durchdringen der Natronlauge entgegenzusetzen. Die verschiedenen Eigenschaften der nicht nachbehandelten und der nachbehandelten Produkte sind erklärlich, wenn man annimmt, daß durch die Weiterbehandlung mit Natronlauge sich, der augenfälligen Quellung entsprechend, eine Kupfernatriumzellulose bildet, die nach dem Auswaschen zu einer fester gefügten Kupferzellulose führt als die sofort nach dem mit konzentrierter Natronlauge vorgenommenen Ausfällen gewaschene.

Nicht nachbehandelte Kupferzellulosefäden von etwa 300 Deniers verlieren 50—60% an Festigkeit, wenn sie mit Wasser benetzt werden, während solche, die etwa $\frac{1}{2}$ Stunde nachbehandelt worden sind, nur noch etwa 30% verlieren. Ähnliche Unterschiede weisen auch die entsprechenden entkupferten Fäden auf, wobei noch ein Unterschied bei den nicht nachbehandelten Fäden besteht, je nachdem die Entkupferung vor oder nach dem Trocknen des Kupferzellulosefadens stattfand, und zwar zugunsten des erst nach dem Trocknen entkupferten. Alle aus nachbehandelter Kupferzellulose erhaltenen Zellulosegebilde färben sich kräftiger mit Farbstoffen als solche aus nicht nachbehandelter Kupferzellulose.

Das Verfahren eignet sich besonders zur Herstellung von dicken, hochelastischen, glasartig durchsichtigen Fäden, sog. künstlichem Roßhaar und ebensolchen Filmen. Erstere finden z. B. nach der Schwefelung und dem Entwickeln von Anilinschwarz auf der Faser oder auch nach Entkupferung Verwendung in der Besatzindustrie, letztere nach Entkupferung zu photographischen Zwecken. Auch nach der Verkohlung können die Fäden und Filme — jene zu elektrischem Glühlicht, diese zu Telephonzwecken — vorteilhaft benutzt werden. Um Formänderungen zu vermeiden, sind die Gebilde, wie üblich, unter Spannung bei gewöhnlicher Temperatur zu trocknen.

Patentanspruch: Ausführungsform des Verfahrens nach Patent 186 766, dadurch gekennzeichnet, daß die durch Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösung mit konzentrierter Natronlauge gewonnenen Gebilde zunächst mit konzentrierter Natronlauge, die u. U. bis zu 6% Ammoniak enthalten darf, weiterbehandelt und erst dann gewaschen werden.

1182. Erste österreichische Glanzstoff-Fabrik A.-G., Wien. Verfahren zur Herstellung von durchsichtigen, festen und elastischen Zellulosefäden und -filmen.

Österr. P. 33 278.

Das D.R.P. 98 642¹⁾ beschreibt ein Verfahren, künstliche Seide aus in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose herzustellen. Es wird

¹⁾ Siehe S. 183.

dabei die Zelluloselösung durch kapillare Röhren in eine die Zellulose abscheidende Fällflüssigkeit, z. B. verdünnte Essigsäure, gepreßt und der abgeschiedene Zellulosefaden auf eine in einem Bad von verdünnter Säure, z. B. Essigsäure, umlaufende Walze naß aufgewickelt und nach Auswaschen des Ammoniaks und Kupfers unter Spannung getrocknet. Wendet man das Verfahren an auf Fäden von größerer Dicke oder für Filme, indem man größere Kapillaren oder schlitzartige Öffnungen beim Auspressen in die Fällflüssigkeit verwendet, so geht zwar die Koagulation gut vor sich, die nach dem sauren Waschen bleibenden Fäden sind aber von so mattem Glanze und verhältnismäßig so wenig elastisch, daß sie technisch wertlos sind. Die Filme sind ebenfalls nicht glasartig klar, dabei brüchig, unelastisch.

Ganz anders sind die Ergebnisse, wenn nach vorliegendem Verfahren gearbeitet wird. Es besteht darin, daß die z. B. durch Schwefelsäure von 30—65% in technisch ökonomischer Weise ihres Kupfers und Ammoniaks beraubten Fäden oder Filme nach dem Aufwickeln auf einen starren Zylinder in einem Bad von konzentrierter Natronlauge einige Zeit umlaufen gelassen werden und dann erst, z. B. auf der im österr. Patent 6843¹⁾ beschriebenen Vorrichtung, bis zur Entfernung der Natronlauge mit Wasser, u. U. unter Zusatz z. B. kleinster Mengen Essigsäure, gewaschen und unter Spannung getrocknet werden. Der Effekt ist überraschend. Die direkt kupferfreien Fäden sind glasartig durchsichtig, von großer Festigkeit und Elastizität. Diese merkwürdige Tatsache läßt sich wie folgt erklären. Beim früher üblichen Verfahren des Umlauflassens in verdünnter Säure des in Schwefelsäure von 35—60% gesponnenen Fadens trat beim Austritt des Kupfers und des Ammoniaks aus dem Zellulosemolekül unter Volumvergrößerung eine Aufnahme von Wasser ein, und die Abspaltung des Hydratwassers beim Trocknen veränderte die physikalische Struktur des Fadens derart, daß der Glanz verloren ging. Nach dem neuen Verfahren hingegen wird bei dem Austritt des Kupfers und des Ammoniaks beim Spinnen in der 35—60% igen Schwefelsäure in diesem Augenblicke des Nascierens des Zellulosemoleküls diesem keine Gelegenheit zu einer derartigen Wasseraufnahme gegeben. Es tritt vielmehr zunächst das Natrium an die Stelle des Kupfers und u. U. des Ammoniaks, und es entsteht ein plastischer Faden von Natronzellulose, bei dessen Zersetzung mit verdünnter Säure beim Auswaschen des Natrons jedenfalls nur so wenig Wasser aufgenommen wird, daß beim üblichen Trocknen unter Spannung die Struktur des Fadens keine nachteilige Veränderung erleidet und der Glanz und die große Festigkeit und Elastizität erhalten bleiben.

Beim Einpressen von Kupferzelluloseammoniaklösungen direkt in Natronlauge entstehen Abscheidungen von Kupferzellulose, die ebenfalls wertvoll sind, besonders nach ihrer Weiterbehandlung, und ähnliche Eigenschaften zeigen wie die Fäden und Filme nach dem vorliegenden Verfahren. Das erstgenannte Verfahren hat indessen den Nachteil, einen Umweg nötig zu machen über die Zellulose, der bei dem vorliegen-

¹⁾ Siehe S. 346.

den Verfahren vermieden wird, indem direkt reine Zellulose erhalten wird unter wirtschaftlich zweckdienlichster Wiedergewinnung des Kupfers und des Ammoniaks ohne Belästigung der Arbeiter durch Ammoniakdämpfe.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von durchsichtigen, festen, elastischen Zellulosefäden oder -filmen mittels Auspressens von in Kupferoxydammoniak gelöster Zellulose in Schwefelsäure durch zylindrische oder schlitzförmige Öffnungen, dadurch gekennzeichnet, daß die erhaltenen Zellulosefäden und -filme auf eine in konzentrierter Natronlauge umlaufende Walze aufgewickelt, dann mit Wasser oder schwacher Säure gewaschen und unter Spannung getrocknet werden.

Nach Waite.

1183. Ch. N. Waite. Herstellung mit Viskose überzogener wasserfester Fasern.

Ver. St. Amer. P. 791 385, 791 386.

Zur Herstellung von sog. „künstlichem Roßhaar“ wird ein Faden von geeigneter Dicke durch eine Viskoselösung gezogen und, nachdem die Viskose alle Zwischenräume des Fadens gut ausgefüllt hat, getrocknet. Diese Behandlung wird wiederholt, bis der Faden das gewünschte Gewicht erreicht hat. Nach dem letzten Trocknen wird in Wasser erweicht und die Viskose in bekannter Weise zersetzt. Nach vollzogener Umwandlung wird gewaschen und getrocknet. Je nach dem Alter der verwendeten Viskose wird die Arbeitsweise etwas abgeändert. Das Produkt zeigt guten Glanz und harte Oberfläche. Wasserfestigkeit wird durch Behandlung mit einem geeigneten Firnis, z. B. schwer flüchtigem Petroleumöl, erzielt.

Nach Henckel von Donnersmarck.

1184. Graf G. Henckel Fürst von Donnersmarck, Neudeck, O.-Schl. Verfahren zur Herstellung eines roßhaarähnlichen Produktes. D.R.P. 189 140 Kl. 29b vom 13. XI. 1903, übertragen auf Verein. Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld, (gelöscht); österr. P. 29 999.

Es ist bekannt, daß man die nach Patentschrift 70 999¹⁾ herstellbare Lösung von Viskose für Appreturzwecke verwenden kann. Insbesondere ist in der britischen Patentschrift 3898¹⁸⁹⁸ die Herstellung von künstlicher Seide durch Imprägnieren und Überziehen von Rohgarnfäden, z. B. von Baumwollgarn, mit den verschiedenen bekannten Zelluloselösungen und u. a. auch mit Viskoselösung angegeben worden, und es wird dort darauf hingewiesen, daß man durch Hindurchführen eines Baumwollfadens durch eine Zelluloselösung von 5% Zellulosegehalt aufwärts bis zur gesättigten Lösung und durch nachträgliches Koagulieren und Fixieren der Zellulose auf der Faser mittels bekannter Mittel einen Kunstseidenfaden von Glanz und hoher Festigkeit erhalten

¹⁾ Siehe S. 367.

kann. Es wurde nun festgestellt, daß es auf die angegebene Weise zwar möglich ist, die Eigenschaften der Rohgarnfäden zu verändern, ohne daß es jedoch gelingt, ein gleichmäßiges Garn herzustellen. Dagegen wurde bei Anwendung eines bestimmten Verfahrens ein neues Produkt von hervorragender Bedeutung erhalten, nachdem diejenigen Mittel ausfindig gemacht waren, die einmal in ununterbrochener Arbeit die Herstellung gleichmäßiger zylindrischer Fäden erzielen lassen und es ferner ermöglichen, die Rohgarnfäden in beliebiger Weise schwächer oder stärker zu beschweren, so daß es nach vorliegender Erfindung möglich ist, im Gegensatze zu dem in der britischen Patentschrift 3898¹⁸⁹⁸ angegebenen Verfahren zur Herstellung eines Kunstseidenproduktes Garne zu erzeugen, die bis zum achtfachen Gewicht des Rohfadens beschwert sind.

Man führt dieses Verfahren folgendermaßen aus: Der Rohgarnfaden wird durch mit Viskoselösung gefüllte Behälter geführt, welche für den Austritt der Lösung feine, nach Belieben regelbare Ausflußöffnungen haben, durch deren Mitte der Rohgarnfaden zugleich mit der Viskoselösung austritt. Je nach der Konzentration der Viskoselösung und der Anwendung verschieden großer Ausflußöffnungen oder der Einstellung dieser Öffnungen nach Maßgabe des gewünschten Beschwerungsgrades hat man es in der Hand, den Rohgarnfaden mehr oder weniger stark mit einer gleichmäßigen zylindrischen Appretur zu versehen. Indem man die Fäden in senkrechter Richtung durch die Öffnungen austreten läßt, unterstützt man die gleichmäßige Verteilung der Lösung auf dem Faden. Die Verteilung kann außerdem noch dadurch verbessert werden, daß man den Faden auf seinem Wege von der Austrittsöffnung zum Koagulationsbade eine kurze Strecke in senkrechter Richtung durch die Luft führt. Er tritt dann in eine Koagulationsflüssigkeit ein, z. B. in eine Lösung von Ammonsalzen, in Säurebäder oder ähnliche bekannte Lösungen, und wird nach dem Verlassen des Koagulationsbades durch Behandlung mit Säuren in bekannter Weise fixiert, durch Waschen von Säure und Nebenbestandteilen befreit, getrocknet und fertiggestellt. Man erhält auf diese Weise einen dem tierischen Haar vergleichbaren Faden, der durch die auf dem Innenfaden gebildete und mit diesem gleichsam verschweißte Zellulosefilmschicht überraschende Elastizität und Steifigkeit besitzt und ein vollkommenes, sofort verwendbares Textilprodukt darstellt. Zudem ist das neue Produkt durch Bleichbarkeit, Färbbarkeit und hohen Glanz ausgezeichnet.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung eines roßhaarähnlichen Produktes aus Rohgarnfäden aller Art unter Anwendung von Viskoselösungen, durch welche die Fäden hindurchgeführt werden, dadurch gekennzeichnet, daß man die Fäden zugleich mit der anhaftenden Lösung in senkrechter Richtung von oben nach unten durch die Mitte einstellbarer Öffnungen austreten läßt und sie alsdann in bekannter Weise in ein Koagulationsbad leitet.

Das Viszellingarn der Fürst G. Donnersmarckschen Kunstseide- und Acetatwerke in Sydowsaue bei Stettin dürfte nach diesem Verfahren hergestellt worden sein.

1185. Fürst G. Donnersmarck'sche Kunstseiden- und Acetatwerke. Verfahren zur Herstellung elastischer Fäden.

Franz. P. 370 741; brit. P. 23 683¹⁹⁰⁶.

Zwei oder mehr Fäden aus Baumwolle, Zellulose, Nitrozellulose, Ramie, Kunstseide usw., einzeln, verzwirnt oder nicht verzwirnt, werden durch eine Zelluloselösung, z. B. Viskose, Kollodium oder Acetylzelluloselösung durchgezogen, dadurch miteinander verklebt, und dann wird unter stetigem Zusammenhalten der Fäden die Zellulose gefällt. Wird z. B. Viskose verwendet, so wird das Behandeln mit der Viskoselösung so oft wiederholt, bis die gewünschte Beschwerung des ursprünglichen Fadens erreicht ist. Dann wird der Faden durch heiße Luft geführt oder besser mit Säuren, sauren Salzen, Salzen, besonders Ammoniaksalzen, behandelt und fertig gemacht. Wird Acetylzellulose als Verklebungsmittel verwendet, so dient Alkohol als Fällflüssigkeit; die Fäden haben dann die isolierenden Eigenschaften der Acetylzellulose.

Nach Dreaper und Tompkins.

1186. W. P. Dreaper, Braintree, und H. K. Tompkins, West-Dulwich (Engl.). Herstellung gekräuselter Gewebe, wie Krepp, und von Artikeln, die gewöhnlich aus gekräuselterm Menschen- oder Roßhaar gemacht werden, aus Zellulose.

Brit. P. 10 487¹⁸⁹⁷.

Baumwolle oder eine andere Form der Zellulose wird in einem hydrolysierenden Mittel, z. B. Zinkchlorid- oder Zinknitratlösung, der eine geringe Menge anderer Metallsalze, z. B. der Chloride oder Nitrate von Kalzium, Barium oder Strontium, zugesetzt sein kann, oder in Phosphorsäure oder nach geeigneter Behandlung mit Schwefelsäure in Wasser allein aufgelöst. Die Lösung wird durch eine Öffnung in Alkohol oder Aceton gepreßt, die die Zellulose fällen und das Lösungsmittel aufnehmen. Die Fäden werden dann gewaschen und getrocknet. Das Färben kann durch Zusatz von Farbstoff zu der Zelluloselösung geschehen, oder der getrocknete Faden wird mit Baumwollfarbstoffen gefärbt. Um den Faden wasserdicht zu machen, wird er mit Spiritus-, Öl- oder Japanfirnis oder mit alkalischer Schellacklösung oder mit Gelatine oder Leim und den bekannten Mitteln, diese Stoffe unlöslich zu machen, behandelt. Auch Nitrozellulose- oder Zelluloidlösung können zu diesem Zwecke benutzt werden. Das Kräuseln geschieht mit entsprechend geformten Walzen mit den verwebten trockenen oder gedämpften Fäden oder in der für Haar üblichen Weise.

Nach Bruggisser & Cie.

1187. M. Bruggisser & Cie., Wohlen, Aargau. Neues grobhaarähnliches Gelatinegebilde.

Schweiz. P. 20 433.

Gegenstand der Erfindung ist ein durchscheinendes, grobhaarähnliches Gelatinegebilde, welches behufs Verstärkung eine faserige Einlage, z. B. Seide oder Baumwolle, hat und ein roßhaarartiges Aussehen

besitzt. Dieses Gebilde kann weiß oder farbig sein. Es ist vorzugsweise dazu bestimmt, allein oder mit anderen Stoffen zusammen in Geflechtform gebracht zur Hutfabrikation verwendet zu werden.

Nach Schaumann und Larsson.

1188. F. Schaumann und A. W. Larsson. Künstliches Haar und Verfahren zu seiner Herstellung.

Franz. P. 333 246.

Ein Faden aus Seide, Leinen, Hanf usw. wird zugleich mit einer Nitrozelluloselösung, der die bekannten die Explosivität herabsetzenden Stoffe zugesetzt sind, aus einer Öffnung zum Austreten gebracht. Oder ein Faden der genannten Art wird durch eine solche Lösung, der eine Lösung von Schellack und zur Erhöhung der Elastizität etwas Rizinusöl zugesetzt sein kann, genommen und dann durch eine Röhre von gewünschtem Durchmesser gezogen, die an den Enden trichterförmig gestaltet ist. Der Faden wird dann durch ein geeignetes Koagulationsmittel, z. B. Wasser, genommen, oder der Überzug wird an der Luft zum Erstarren gebracht. Das Produkt soll besonders zu Borsten für Zahnbürsten verwendet werden.

Nach Diamanti und Champion.

1189. H. Diamanti und H. Champion. Spinnvorrichtung zur Herstellung künstlichen Haares.

Franz. P. 377 494.

An der Vorderseite eines metallenen Kastens sind oben nebeneinander 25 Spinnöffnungen angebracht, aus denen die künstlichen Fäden, die das Haar bilden, austreten. Die Fäden werden oben in den Kasten durch einen Schlitz gebracht und gelangen auf eine Reihe untereinander angeordneter endloser Bänder, auf welchen sie von oben nach unten im Zickzackwege durch den Kasten geführt werden. Dabei werden sie einem von unten kommenden trockenen Luftstrom entgegengeführt, der sie von Lösungsmitteldämpfen befreit. Beim Austritt aus dem Kasten werden die Fäden auf Spulen aufgewickelt. Der Durchgang der warmen Luft durch den Kasten wird durch Klappen geregelt. (1 Zeichnung.)

Nach Lecoer.

1190. A. Lecoer. Verfahren zur Herstellung künstlichen Haares.

Franz. P. 392 868.

Beim Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen wird ein Gemisch gleicher Teile bei 25–30°C gesättigter Sodalösung, die 20 bis 25% wasserfreies Natriumkarbonat enthält, und einer Ätznatronlösung von 25–30% benutzt. Das gefällte Haar wird auf eine Spule gewickelt, die in ein Bad aus konzentrierter Natriumkarbonatlösung taucht, die mit 7–8% iger Ätznatronlösung versetzt ist. Danach wird das Haar in einem Natriumbisulfatbade, das etwa 4% freie Säure enthält, von Kupfer befreit. Nach vollständiger Entfärbung wird gewaschen und getrocknet.

Nach Crumière.

1191. E. Crumière. Verfahren zur schnellen Herstellung künstlichen Haares und sehr widerstandsfähiger, elastischer sowie durchscheinender Bänder.

Franz. P. 377 118; brit. P. 6766¹⁹⁰⁸.

Man läßt eine Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak aus einer runden oder schlitzförmigen Öffnung in eine schwache Lösung von Essigsäure, Schwefelsäure usw. treten und taucht das erhaltene Gebilde nach Entkupfern durch den elektrischen Strom einige Augenblicke in ein warmes Chlorzinkbad von 1,70 Dichte. Danach wäscht man mit schwach angesäuertem Wasser und dann mit Wasser und trocknet. Das Chlorzinkbad wird z. B. durch Erhitzen konzentriert, das Zink wird aus den Waschwässern in der üblichen Weise wiedergewonnen.

1192. E. Crumière. Verfahren zur schnellen Herstellung künstlichen Haares und sehr widerstandsfähiger, elastischer sowie durchscheinender Bänder.

Franz. P. 9067, Zus. z. franz. P. 377 118; brit. P. 7126¹⁹⁰⁸; Ver. St. Amer. P. 911 868.

Wird das vorstehend beschriebene Verfahren dahin abgeändert, daß die Kupferoxydammoniakzelluloselösung direkt in Chlorzinklösung versponnen wird, so bereitet zwar die Fadenbildung keine Schwierigkeiten, der entkupferte Faden hat aber keine Festigkeit. Setzt man jedoch dem Chlorzinkbade Natron- oder Kalilauge zu, so daß man Natrium- oder Kaliumzinkat in Lösung hat, so ist die Fadenbildung gut, und auch der Faden ist nach dem Entkupfern, Waschen und Trocknen fest und elastisch. Nach einiger Zeit nimmt das Koagulierungsbad durch gelöstes Kupfer eine blaue Färbung an, die das Überwachen der Fadenbildung erschwert. Diese Färbung verschwindet, wenn man das Bad mit Zinkstreifen kocht. Dadurch wird das Kupfer gefällt und Zink geht als Alkalizinkat in Lösung. Diese Einwirkung des Zinks findet auch in der Kälte statt, aber weniger schnell.

Nach Jannin.

1193. L. E. Jannin, Paris. Vorrichtung zur Herstellung künstlichen Roßhaares.

D.R.P. 183 001 Kl. 29a vom 20. II. 1906 (gelöscht).

Es ist bekannt, künstliches Roßhaar in der Weise herzustellen, daß man konzentrierte Gelatinelösungen unter Druck durch Düsen hindurchpreßt und die entstehenden Fäden aufspult. Bei diesem bekannten Verfahren war man bisher gezwungen, nur verhältnismäßig verdünnte Gelatinelösungen anzuwenden, demzufolge sehr feuchte Fäden entstanden, die schwer trockneten, unregelmäßig wurden und leicht eine Formänderung erfuhren, so daß ein unansehnliches Garn erzielt wurde. Derartige Fäden müssen bekanntlich, bevor sie auf die Spule gelangen, getrocknet werden, damit sie auf der Spule nicht kleben bleiben. Man hat bisher zu diesem Zweck den Faden auf besonderen, beispielsweise

aus Riemen bestehenden wandernden Bahnen bis zur vollkommenen Trocknung einen möglichst langen Weg zurücklegen lassen. Hierbei konnten aber die Fäden leicht auf der wandernden Bahn festkleben.

Den Gegenstand der vorliegenden Erfindung bildet nun eine Vorrichtung, mit deren Hilfe ein regelmäßiger, dem natürlichen Roßhaar ähnlicher Faden erzielt werden soll. Auch hier wird von einer Gelatinelösung ausgegangen. Diese ist aber konzentrierter, als sie bisher verwendet wurde. Man stellt sie dar, indem man beispielsweise 1 kg Gelatine in 1 kg Wasser und 100 g Glyzerin löst; sie wird gegebenenfalls mit Hilfe von Kohlendruck durch Düsen hindurchgepreßt. Der aus der Düse austretende Faden ist infolge des hohen Konzentrationsgrades der Gelatinelösung verhältnismäßig trocken. Er wird

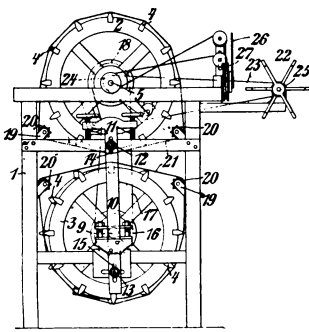


Fig. 606.

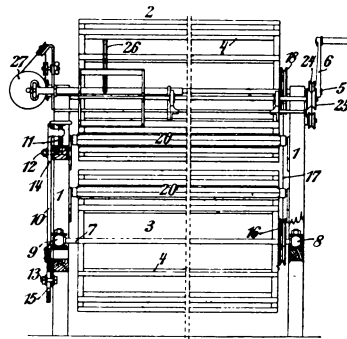


Fig. 607.

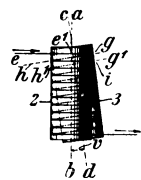


Fig. 608.

nun, bevor er auf die Spule gebracht wird, unter Spannung gehalten, damit er nicht zusammenschrumpft, nicht unregelmäßig eintrocknet und insbesondere auch nicht auf der Spule und auf den ihn zu der Spule führenden Vorrichtungen haften bleibt. Die Vorrichtung, welche dazu dient, den Faden in gespanntem Zustande vor dem Spulen zu halten, ist in der Zeichnung dargestellt, und zwar in Fig. 606 in einer Seitenansicht, in Fig. 607 in einer Vorderansicht, während Fig. 608 eine Einzelheit veranschaulicht, welche später erläutert werden soll.

Die Vorrichtung besteht aus zwei Trommeln, um welche herum der aus der Düse austretende Faden, bevor er auf den Spulen aufgewickelt werden soll, mehrere Male geführt wird. Zwischen diesen beiden Trommeln sind mehrere sich mit der gleichen Umfangsgeschwindigkeit wie die Trommeln drehende Walzen angeordnet, welche dem Zwecke dienen, eine Schwingung des von der einen Trommel auf die andere übergehenden Fadens und ein Zusammenkleben der einzelnen Fäden zu verhindern. Insbesondere ist dieses Zusammenkleben zu befürchten, da man, um einen möglichst langen Weg zu erzielen, gezwungen ist, die über die Trommeln geführten Fäden in geringen Abständen voneinander laufen zu lassen. Um die auf die Trommeln sich wickelnden Fäden in entsprechende Entfernung voneinander zu bringen, werden die Trommeln, wie dies noch nachstehend beschrieben ist,

zueinander unter einem schrägen Winkel gelagert. Diese Trommeln tragen auf ihrer Oberfläche einzelne voneinander entsprechend entfernte, zweckmäßig abgeschrägte Leisten, damit der Faden nur an möglichst wenigen Stellen aufliegt, und die Leisten sind außerdem mit Stoffen, welche wie Löschpapier, Gewebe oder ähnliche Gebilde porös sind, überzogen, um zu vermeiden, daß der Faden auf ihnen haften bleibt. Mit Hilfe einer derartigen Vorrichtung ist man in der Lage, unter großer Raumersparnis den Faden, bevor er auf die Spule gelangt, einen langen Weg, beispielsweise mehrere hundert Meter, zu führen und ihn während dieses Weges gespannt zu halten, ohne Gefahr zu laufen, daß der Faden an der Vorrichtung festklebt oder mit benachbarten Fäden zusammenklebt. Da auch die Trocknung, die nach Bedarf durch Ventilatoren unterstützt werden kann, sehr regelmäßig ist, so ist auch das Erzeugnis in jeder Beziehung gleichmäßig.

Das Gestell *1* trägt zwei Trommeln *2* und *3*, auf deren Oberfläche einzelne an ihren Kanten abgeschrägte Leisten *4* angebracht sind. Diese Leisten sind mit Löschpapier oder ähnlichen Stoffen überzogen. Die Welle *5* der oberen Trommel *2* ist mit einer Kurbel *6* versehen und im Gestell *1* gelagert. Die Welle *7* der unteren Trommel *3* ruht in kugelartigen Lagern *8* und *9*, von denen das eine fest ist, während das andere an einem Träger *10* befestigt ist. Um die Welle *7* in der durch die Schrauben *11* einstellbaren Lage festzuhalten, dienen die Schrauben *12* und *13*, welche die in dem Träger *10* angeordneten Schlitz *14* und *15* durchdringen. Die Welle *7* ist außerdem mit einer Schnurscheibe *16* versehen, über welche eine Schnur *17* geführt wird, die über eine zweite Schnurschraube *18*, welche auf der Welle *5* sitzt, geführt ist und zum Antrieb der Trommel *3* dient. Mit Hilfe der Stellschrauben *11* und der Schrauben *12* und *13* wird das kugelartige Lager *9* der Welle *7* der unteren Trommel *3* derart verstellt, daß, wie aus Fig. 608 ersichtlich, die beiden Trommeln gegeneinander geneigt sind. Der aus einer auf der Zeichnung nicht dargestellten Düse kommende Faden wickelt sich infolge der geneigten Stellung der beiden Trommeln *2* und *3* auf diese beiden Trommeln schraubenförmig auf, und zwar zunächst normal zur Achse *a—b* im Sinne des Bogens *e—g*, läuft hierauf auf die Trommel *3* auf, wickelt sich dort normal zur Achse *c—d*, der Richtung *g—h* folgend, auf, steigt wieder nach aufwärts zur Trommel *2*, um sich auf diese im Sinne des Bogens *h'—i* aufzulegen, und so fort, so daß die einzelnen Fäden auf jeder der beiden Trommeln voneinander um ein bestimmtes Stück entfernt sind. Diese Entfernung steht im bestimmten Verhältnis zu dem Winkel *v*, unter dem die Achsen der beiden Trommeln zueinander geneigt sind. Um ein Schwingen der von der einen zur anderen Trommel geführten Fäden zu vermeiden, werden diese beim Übergange von der Trommel *2* nach der Trommel *3* und umgekehrt über mehrere in Trägern *19* gelagerte Stifftwalzen *20* geführt, welche dieselbe Umfangsgeschwindigkeit wie die Trommeln *2* und *3* besitzen und von diesen mit Hilfe der Schnüre oder Riemen *21* angetrieben werden. Nachdem der Faden in der vorgeschriebenen Weise die Trommeln *2* und *3* nach wiederholter Auflage auf sie durchlaufen hat, wird er auf die abnehmbare Spule *22*

aufgerollt. Zum Antrieb der Spule 22 dient eine über die Schnurrollen 24 und 25 geführte Schnur 23. Die Spule 22 ist außerdem mit einem Fadenführer 26 versehen, der durch eine Kurvenscheibe 27 seine Hin- und Herbewegung erhält.

Patentansprüche: 1. Vorrichtung zur Herstellung künstlichen Roßhaares aus konzentrierten, unter Druck durch Düsen hindurchgepreßten Gelatinelösungen, dadurch gekennzeichnet, daß der aus der Düse austretende Faden wiederholt über zwei sich gleichzeitig drehende, an ihrem Umfang mit Leisten versehene und in einem Winkel zueinander geneigte Trommeln, und zwar bei jeder Wicklung von der einen Trommel zur anderen laufend, geführt ist, bevor er auf Spulen aufgewickelt wird.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen den beiden Trommeln (2, 3) Führungsrollen (20) angeordnet sind, zu dem Zwecke, durch Führung der Fäden über diese Rollen bei dem Übergang von der einen Trommel auf die andere Schwingungen und dadurch das Festkleben einzelner Fäden aneinander zu vermeiden.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die auf der Oberfläche der Trommeln angeordneten Leisten mit Löschpapier, Geweben oder einem anderen saugfähigen Stoff belegt sind oder selbst aus solchem Stoffe bestehen.

Nach Borzykowski.

1194. B. Borzykowski. Künstliche Haare.

Franz. P. 424 428; Ver. St. Amer. P. 1 010 222; schweiz. P. 56 107.

Zellulose, z. B. Ramiefaser, Holzstoff, Baumwolle, Lein, Hanf, Fruchtschalen, wird in Säuren, z. B. Schwefelsäure, Essigsäure, Salpetersäure usw., in der Kälte oder bei erhöhter Temperatur gelöst und durch Öffnungen in eine Fällflüssigkeit, wie Wasser, Alkohol oder Benzol, gepreßt. Für bestimmte Zwecke befreit man das ausgefällte Produkt durch Waschen oder Trocknen von Säure, löst es von neuem in einem geeigneten Lösungsmittel, wie Chloroform, Aceton, einem Gemisch von Alkohol, Äther und Kampfer usw., und fällt abermals.

Nach Société anonyme des Celluloses Planchon.

1195. Société anonyme des Celluloses Planchon. Flach gepreßtes künstliches Haar.

Franz. P. 410 721.

Künstliches Haar aus Viskose, Kollodium, Kupferoxydammoniakzellulose, Acetylzellulose usw. wird zwischen Preßwalzen hindurchgeführt, die unter Umständen noch gestreift, gewellt, gemustert oder mit Buchstaben oder Zahlen versehen sind. Man erhält einen flachen Faden, der, entsprechend gefärbt und poliert, Metallstreifen ersetzen kann. Seine Leichtigkeit macht ihn besonders wertvoll.

Nach Galibert.

1196. E.-M.-S. Galibert. Verfahren zum Überziehen von Gespinnstfasern aller Art mit Lösungen von Zellulose in Kupferoxydammoniak oder von reiner Seide oder von Gemischen von Zellulose mit Seide durch Durchziehen von Fäden durch Spinnöffnungen, die mit den Lösungen von Zellulose usw. gefüllt sind.

Franz. P. 442 117.

Läßt man einen Faden durch eine Zelluloselösung von genügender Dicke gehen und benutzt eine Spinnöffnung, deren Weite wenig größer ist als der Durchmesser des Fadens, so erhält man unter gewissen Bedingungen nicht eine zusammenhängende Schicht um den Faden, sondern es rollt sich ein neuer Faden in Spiralen um den ersten Faden. Die zu verwendende Vorrichtung besteht aus einer senkrechten Röhre, die an ihrem oberen Ende fein ausgezogen ist und zwei horizontale Röhren mit Hähnen trägt. Der untere Teil des senkrechten Rohres ist erweitert und kann eine gläserne Spindüse aufnehmen, deren fein ausgezogener Teil den gleichen oder einen geringeren Durchmesser hat als der obere Teil. Die Schnitte der verschiedenen Röhren sind vollkommen gleich. Die Zuführung der Lösungen geschieht durch die Enden der wagrechten Röhre mit oder ohne Druck je nach der Viskosität der Flüssigkeit. Werden gemischte Lösungen von Seide oder Zellulose in Kupferlösungen angewendet, so braucht kein Druck benutzt zu werden. Der zu behandelnde Faden befindet sich auf einer Trommel oder Spule $\frac{1}{2}$ –1 m über dem oberen Teil der senkrechten Röhre; er wird durch die Spinnvorrichtung geführt und aus dem unteren Teil herausgezogen. In diesem Augenblick öffnet man die Hähne in den wagrechten Röhren, die Kupferlösung füllt den Apparat, fließt aber nicht unten durch das senkrechte Rohr ab. Zieht man an dem Faden, so bildet sich der künstliche Faden, der sich um den ersten Faden in Spiralen legt, die je nach der Geschwindigkeit des Fadenabzuges enger oder weiter sind. Nach dem Austreten aus der Spinnvorrichtung geht der Faden durch ein Entkupferungsbad und wird nach dem Waschen aufgespult. (1 Zeichnung.)

Nach Gyger.

1197. A. S. Gyger, Zürich. Herstellung von leichtem künstlichem Roßhaar, sowie von Bändern für die Hutfabrikation, für Geflechte usw.

Schweiz. P. 103 488 vom 21. III. 1923.

Das in Lösung befindliche Ausgangsmaterial, Zellulose- oder Gelatine-masse, wird mit Bläschen schwammartig durchsetzt, die das geformte Produkt leicht und porös machen.

Nach Dreyfus.

1198. H. Dreyfus. Verfahren zur Herstellung von Gegenständen aller Art aus Zelluloseestern.

Franz. P. 461 544 vom 31. X. 1913.

Zur Herstellung von z. B. künstlichem Haar werden Lösungen von Zelluloseestern, die unter Mitverwendung von Glycerinestern aromatischer Karbonsäuren erhalten sind, benutzt.

Vgl. hierzu: W. Massot: Zur Kenntnis einiger Erzeugnisse der Kunstseidenindustrie, Chemiker-Ztg. 1907, S. 799, wo die physikalischen Eigenschaften von künstlichem Roßhaar, künstlichem Haar, Viscellin (mit Viskose überzogene Baumwollfäden), Kunststroh angegeben sind, A. Herzog: Zur Kenntnis der Eigenschaften einiger künstlicher Roßhaarerstattstoffe, Kunststoffe 1911, S. 181 und 206, ferner G. Herzog: Polster-Roßhaar und seine Prüfung. Berlin: Julius Springer 1916 und Schall: Die Herstellung künstlicher Haare, Kunststoffe 1914, S. 361 und 374.

f) Die Herstellung rohseideartiger Kunstseide.**Nach Dreaper.**

1199. W. P. Dreaper, Felixstowe. Verbesserungen in der Herstellung künstlicher Seide.

Brit. P. 11 959¹⁹⁰⁸.

Bei der Herstellung Naturseide enthaltender Gewebe ist es vorteilhaft, Rohseide zu verwenden und danach erst durch Kochen mit Seifenlösung zu entbasten. Dies Verfahren erleichtert das Weben, besonders in der Kette. Versucht man feine Kunstseidenfäden von etwa 40 Deniers da in Textilstoffen zu verwenden, wo die Benutzung von Rohseide vorteilhaft ist, so ergeben sich Schwierigkeiten. Diese werden dadurch beseitigt, daß die feinen Kunstseidefäden vor dem Verweben durch Behandlung mit z. B. Seifenlösung und Trocknen oder durch ein geeignetes Bindemittel, z. B. ein lösliches Öl, zu mehreren miteinander verklebt und dann erst verwebt werden. Danach werden die Fäden durch Reiben oder durch Mittel, die das Klebmittel auflösen, voneinander getrennt.

g) Die Herstellung künstlichen Hanfbastes, künstlichen Strohes u. dgl.**Nach Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G.**

1200. Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G., Kelsterbach a. M. Verfahren zur Herstellung von künstlichem Hanfbast.

D.R.P. 184 510 Kl. 29b vom 3. I. 1906 (gelöscht); österr. P. 33 840; franz. P. 363 782; brit. P. 7520¹⁹⁰⁶; Ver. St. Amer. P. 853 093 (Lehner).

Vorliegende Erfindung bezweckt die Nachahmung des natürlichen Hanfbastes aus glänzenden Fäden beliebiger Art, wie natürliche Seide,

künstliche Seide, Glanzstoff, Viskoseseide, mercerisierte Baumwolle usw., und zwar in der Weise, daß nicht allein das Aussehen des natürlichen Hanfbastes, sondern möglichst auch seine physikalischen und chemischen Eigenschaften, vor allem die Wasserbeständigkeit und die Möglichkeit, die so hergestellten Bastbändchen nach ihrer Verarbeitung zu Bändern, Hüten usw. nach Belieben färben zu können, erreicht werden. Dieser Zweck wird nach vorliegendem Verfahren durch mechanische oder chemische Behandlung des Binde- oder Klebmittels für die zusammenzufügenden Fäden erreicht, und zwar vor, während oder nach der Herstellung des künstlichen Hanfbastes. Man setzt zu diesem Zweck dem Binde- oder Klebmittel entweder ein Deckmittel zu, das aus Kreide, Zinkweiß, Schwerspat, amorphem Schwefel od. dgl. bestehen kann, oder man erzeugt dieses Deckmittel durch chemische Behandlung des Bindemittels.

Das Verfahren besteht somit im wesentlichen in folgendem: Ein oder mehrere glanzreiche Fäden aus Naturseide, Kunstseide, Glanzstoff, Viskoseseide, mercerisierter Baumwolle u. dgl. werden durch ein nach der Verarbeitung in Wasser unlösliches Bindemittel, wie Kollodium, gelöste Zellulose oder Viskose, gezogen. Nach Abstreifen des überschüssigen Bindemittels wird es in bekannter Weise durch Trocknen oder Zersetzen durch Säuren fixiert und das so erhaltene Bändchen auf einen Haspel oder eine Spule aufgewickelt. Dem Bindemittel wird zum Zweck des nötigen Abglänzens entweder vor, während oder nach der Herstellung der Bändchen ein Stoff zugesetzt, welcher eine gewisse deckende Wirkung ausübt, z. B. Schwerspat, pulverisierte Kreide, Zinkweiß, amorpher Schwefel u. dgl., und ein entsprechender Farbstoff, um die gelbliche Färbung des Hanfbastes zu erzielen.

Das Verfahren kann aber auch in der Weise ausgeführt werden, daß dieses Deckmittel durch chemische Behandlung des Bindemittels mit geeigneten Stoffen erzeugt wird, entweder in einem Arbeitsvorgang für sich oder gleichzeitig mit dem Fixieren des Bindemittels. Wird als solches z. B. wäßrige Viskoselösung benutzt, welche noch nicht in den Zustand der sog. Reife übergegangen ist, so wird beim Durchziehen des Bändchens durch Mineralsäuren Schwefel ausgeschieden. Dieser ausgeschiedene Schwefel genügt zum Abglänzen des erzeugten Bändchens, so daß ein weiterer Zusatz von Deckmittel zum Bindemittel nicht nötig ist.

Patentsprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von künstlichem Hanfbast durch Zusammenkleben glanzreicher Fäden, wie Seide, Kunstseide, Glanzstoff, Viskoseseide, mercerisierte Baumwolle u. dgl., zu einem Band, dadurch gekennzeichnet, daß dem Binde- oder Klebmittel vor, während oder nach der Herstellung des künstlichen Hanfbastes ein Deckmittel (Kreide, Zinkweiß, Schwerspat, amorpher Schwefel u. dgl.) zugegeben wird, um eine Abglänzung des Produktes zu erzielen.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Deckmittel durch chemische Behandlung des Bindemittels, zweckmäßig beim Fixieren desselben, ausgeschieden wird.

3. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1 und 2 unter Verwendung ungereifter wäßriger Viskoselösung als Bindemittel, dadurch gekennzeichnet, daß das Bändchen mit Mineralsäuren behandelt wird, wodurch nicht allein die Fixierung des Bindemittels, sondern auch die Ausscheidung von Schwefel stattfindet, der das Deckmittel bildet.

Über die mikroskopische Untersuchung von Kunstbändern siehe A. Herzog: Kunststoffe 1916, S. 103—105.

Nach Girard.

1201. P. Girard. Verfahren zur Herstellung künstlichen Stroh^s mittels Zellulose, ihrer Derivate oder analoger Stoffe.

Franz. P. 430 939.

Eine Lösung von Nitrozellulose, von Zellulose in Kupferoxydammoniak, von Zellulosexanthogenat, -acetat oder -phosphoacetat u. dgl. wird unter Druck durch eine Öffnung ausgepreßt, in der ein elektrisch geheizter Dorn sitzt. Die Lösung tritt um diesen Dorn herum aus und das gebildete Röhrchen wird innerlich und äußerlich durch die Hitze des Dorns koaguliert. Äußerlich wird die Koagulation noch durch ein Fällbad vollendet, in welches das Zelluloseröhrchen eintritt. Durch diese Behandlung wird es am Zusammenfallen verhindert. (1 Zeichnung.)

Nach Brandenberger.

1202. J. E. Brandenberger. Zelluloseprodukt zur Nachahmung von Stroh oder anderen in der Putzindustrie verwendeten Stoffen.

Franz. P. 436 186.

Eine Zelluloselösung wird in Bandform gefällt und das Band nach dem Fixieren und Trocknen gaufriert oder in anderer Weise verziert. Das Band wird dann in feine Streifen von der Breite zerschnitten, die man für die weitere Verarbeitung haben will. Das Färben und Appretieren des Produktes kann in jeder beliebigen Weise erfolgen. (4 Zeichnungen.)

1203. J. E. Brandenberger. Zelluloseprodukt zur Nachahmung von Stroh und anderen in der Putzindustrie verwendeten Stoffen.

Franz. P. 436 187.

Ein durchbrochenes oder nichtdurchbrochenes Gewebe wird auf beiden Seiten mit einer feinen Lage von Zellulose überzogen, die durch Ausfällen einer wäßrigen Zelluloselösung erhalten worden ist. Um die Zelluloseschichten auf dem Gewebe gut haften zu machen, wird ein Klebstoff verwendet und die Lagen werden durch Pressen vereinigt. Das so überzogene Gewebe wird dann in feine Streifen von der gewünschten Breite zerschnitten. Durch Verwendung verschieden hergerichteter Gewebe oder verschiedenartige Nachbehandlung des geklebten Produktes lassen sich die verschiedensten Wirkungen erzielen. (3 Zeichnungen.)

Nach Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G.

1204. Vereinigte Glanzstoff-Fabriken A.-G., Elberfeld. Verfahren zur Erzeugung röhrenförmiger Gebilde aus Zelluloseverbindungen.

D.R.P. 369 560 Kl. 29a vom 11. VI. 1915; schweiz. P. 73 559; brit. P. 100 631; Ver. St. Amer. P. 1 341 745.

Die zur Erzeugung von Gebilden mit röhrenförmigem Querschnitt aus gelöster Zellulose, welche als Stroh-, Hanf-, Tagalfaserimitat usw. Verwendung finden sollen, bisher gemachten Vorschläge sind wegen der Schwierigkeit der technischen Ausführung bis jetzt ohne Erfolg geblieben. Diese Schwierigkeit beruht hauptsächlich darauf, daß im Fäll- oder Koagulationsbad bei röhrenförmigen Gebilden, deren innerer Längshohlraum nur an den beiden Enden nach außen hin offen ist, die Flüssigkeit des Bades die Innenfläche der Längshohlräume nicht leicht oder gar nicht benetzen kann. Man hat sich daher bislang damit begnügt, bandförmige Gebilde zu erzeugen und diese als Strohersatz zu verwenden. Auch ist es bekannt, künstliche Jute dadurch herzustellen, daß in Streifen geschnittene Papiermassen einer spiralförmigen Zusammenrollung und Zwirnung unterworfen und auf diese Weise zu röhrenartigen Gebilden verarbeitet werden. Ein gleiches kann auch mit den bekannten, obenerwähnten, einfachen bandförmigen Zellulosestreifen nach vorheriger Netzung geschehen. Nach vorheriger Netzung kann man auch bandförmige Zellulosehydrate oder Zelluloseesterstreifen zwirnen.

Das den Gegenstand vorliegender Erfindung bildende Verfahren zur Erzeugung röhrenförmiger Gebilde aus Zelluloseverbindungen beruht darauf, daß aus formgebenden Organen austretende Bahnen von koagulierbaren Zelluloseverbindungen im Fällbad einem Zwirnen unterworfen werden und daß dann das Erzeugnis ausgewaschen und unter Spannung getrocknet wird. Dieses Verfahren unterscheidet sich von demjenigen, bei welchem bandförmige Zellulosestreifen nach vorheriger Netzung gezwirnt werden dadurch, daß die Zellulosehydrat- oder Zelluloseesterstreifen sofort nach ihrem Entstehen im Fäll- oder Koagulationsbade gezwirnt werden. Dieses Zwirnen kann z. B. in der Weise ausgeführt werden, daß man die Streifen oder Lamellen einem sog. Spinntopf oder einer Spinnzentrifuge zuführt. Je stärker die Zwirnung gewählt wird, desto steifer und geschlossener pflegen die neuen röhrenförmigen Gebilde zu sein. Sowohl durch Abänderung der Art der Zelluloselösung, z. B. durch Verwendung von Viskose, Kupferoxydammoniakzellulose, Nitrozellulose, Zelluloseacetat usw., als auch durch die bestimmte Form und Weite des Spinnschlitzes, der gerade, krumm oder mit Zackungen versehen sein kann, als auch durch die Wahl des Fällmittels, ferner durch Beeinflussung der nachträglich beim Trocknen eintretenden Schrumpfungen und Spannungen, als endlich auch durch die Stärke der auf beliebige Art bewerkstelligten Zwirnung können verschiedene Abstufungen des Effektes erhalten werden, die für die verschiedensten technischen Verwendungsmöglichkeiten sehr wichtig sind.

Je nach der mehr oder weniger großen Ähnlichkeit können die Produkte daher als Stroh-, Hanf-, Tagalfaserimitat usw. in den Handel gebracht werden. Dadurch, daß sich beim Zwirnen die gelatinösen, dünnen Lamellen teilweise innig übereinander legen, können beim Trocknen interessante und technisch wertvolle Lichteffekte erzielt werden. Der Effekt ändert sich natürlich mit der Dicke der einzelnen Lamellen, ihrer Lage zueinander und den in ihnen enthaltenen Molekularspannungen. Die Dicke der Lamellen ist durch die Schlitzweite, die Zusammensetzung der Zelluloselösung und die Abzugsgeschwindigkeit bedingt, letztere ist zugleich mit der Art des Fällbades von maßgebender Bedeutung für die in der trockenen Lamelle auftretenden Spannungserscheinungen. Endlich kann man auch kompliziertere, röhrenähnliche Gebilde in der Weise erzeugen, daß man die aus den Schlitzdüsen austretenden Lamellen zusammen mit bereits fertig koagulierten Gebilden, wie z. B. Fäden, Fadenbündeln oder Filmbändchen, verzwirnt, indem diese fertigen Gebilde gleichsam als Seele dem röhrenförmigen Gebilde einverleibt werden. Nach dem beschriebenen Verfahren kann man ein Gespinst mit wärmeisolierenden, zahlreichen, mehr oder weniger gegeneinander abgeschlossenen Hohlräumen erhalten; ein solches Gespinst besitzt große Weichheit.

Das D.R.P. 369 560 hat folgende

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung röhrenähnlicher künstlicher Fäden aus Zellulose- oder Zelluloseester-Lösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Lösungen aus beliebig geförmten Spinnschlitzen in Fällbäder austreten und die entstandenen flachen Streifen ein- oder mehrfach gedreht bzw. gezwirnt und nach etwaigem Auswaschen unter Spannung getrocknet werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die entstandenen Streifen unter Einschaltung von Fäden, Fadenbündeln oder Bändchen als Seele gedreht bzw. gezwirnt werden.

Nach Mann.

1205. Cl. Mann, geb. Großbeckes, Barmen. Verfahren zum Mattieren von Kunststroh.

Schweiz. P. 72 044.

Das aus Zellulosefäden bestehende Kunststroh wird nach dem Färben mit Seifenlösung unter Zusatz von Gerbstoffen behandelt. Zweckmäßig wird diese Behandlung vorgenommen, nachdem das Kunststroh bereits vor dem Färben mit Türkischrotöl oder den sonstigen bekannten Mitteln gemäß dem schweiz. P. 68 971 imprägniert und dann getrocknet worden ist.

Nach La Cellophane.

1206. La Cellophane, Société anonyme, Paris. Stroh, Haar u. dgl. aus Zellulose.

Brit. P. 159 868 vom 19. I. 1921 (Prior. Frankr. 4. III. 1920).

Fertige Bänder, die z. B. aus Zellulosexanthogenat oder -acetat hergestellt sind, werden zusammengedreht. Die einzelnen Windungen

kleben nicht zusammen; es bleibt ein Luftraum zwischen ihnen. Die Produkte können weiter durch Pressen, Bedrucken usw. verändert werden.

Nach Hartogs.

1207. Dr. J. C. Hartogs, Arnhem, Niederlande. Fadenführer für Kunstfäden-Spinnmaschinen.

D.R.P. 375 813 Kl. 29a vom 23. XI. 1921 (Prior. Niederl. 2. XII. 1920).

Die Herstellung von Kunststroh, Bändchen oder Filmen aus Zelluloselösungen geschieht bekanntlich, indem man Zelluloselösungen unter erhöhtem Druck aus engen, spaltförmigen Öffnungen in ein Gerinnungsbad preßt und das so gebildete Bändchen oder den Film auf eine sich drehende Spule wickelt. Um auf diesen Spulen die chemischen Stoffe auswaschen zu können, die teils aus dem Spinnbade herrühren und teils als Lösungsmittel verwendet worden sind, ist es notwendig; daß das gesponnene Bändchen in bestimmter Weise mittels der sog. Changierung auf die Spule gewickelt wird. Diese Einrichtung besteht aus einem hin und her bewegten Fadenführer, der mit einem Auge versehen ist, durch welches das gesponnene Bändchen od. dgl. geführt wird, bevor es auf die Spule gewickelt wird, so daß fast die ganze Oberfläche der letzteren regelmäßig mit dem gesponnenen Erzeugnis bedeckt wird. Die Verwendung eines derartigen Fadenführers hat nun den Nachteil, daß das hindurchgehende Bändchen über eine stark gekrümmte Fläche schleift, was leicht ein Umklappen des Bändchens veranlaßt und dadurch die Beschaffenheit des Produktes nachteilig beeinflußt.

Die vorliegende Erfindung beseitigt diesen Nachteil dadurch, daß das Bändchen oder der Film immer mit einer ebenen oder nur wenig gekrümmten Fläche des Fadenführers in Berührung gehalten wird, so daß die Gefahr des Umklappens gering wird. Zu diesem Zwecke wird als Fadenführer eine Stange verwendet, die gerade, aber auch anders gestaltet, z. B. sehr schwach gekrümmt, sein kann, und über die das gesponnene Bändchen gleitet. Diese Stange kann um ihren Mittelpunkt oder um eines ihrer Enden oder einen anderen Punkt als Drehpunkt eine schaukelnde oder schwingende Bewegung ausführen, die ihr auf verschiedene Weise mitgeteilt werden kann. Anstatt einer Stange kann natürlich auch ein Rohr oder jeder andere Gegenstand verwendet werden, der eine ebene oder schwach gekrümmte Fläche hat. Der oben erwähnte Fadenführer kommt während dieser schaukelnden Bewegung in verschiedene Lagen, geht dabei aber nicht von der Stelle. Er wird sich z. B. bei schräger Lage der Ebene, in der die Bewegung stattfindet, bald von links nach rechts, bald von rechts nach links neigen, mit Zwischenlagen, z. B. einer zeitweise wagerechten Lage. Das darüber gehende Bändchen wird sich demzufolge bald von links nach rechts, bald von rechts nach links bewegen und auf diese Weise in hin und her gehenden Schichten auf die Spule aufgewickelt werden. Die Ebene, in der die Stange oder der Fadenführer diese Bewegung ausführt, kann parallel zur Richtung der Achsen der aufwickelnden Spulen oder Haspel sein

oder damit einen Winkel bilden. In beiden Fällen kann die Ebene noch eine besondere Lage haben, z. B. eine wagerechte oder eine senkrechte. Die schaukelnde Bewegung kann je nach Bedürfnis schnell oder langsam stattfinden. Bei dem bekanntesten System der Fadenführung findet eine Hin- und Herbewegung des ganzen Fadenführers statt, während diese Bewegung bei der neuen Fadenführung nicht erforderlich ist, weil der Fadenführer um einen seiner Punkte, der nicht von der Stelle geht, schaukelnde Bewegungen ausführt. Bei der alten Fadenführung wird

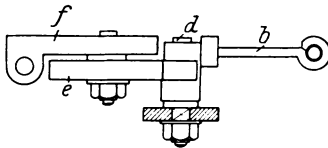


Fig. 610.

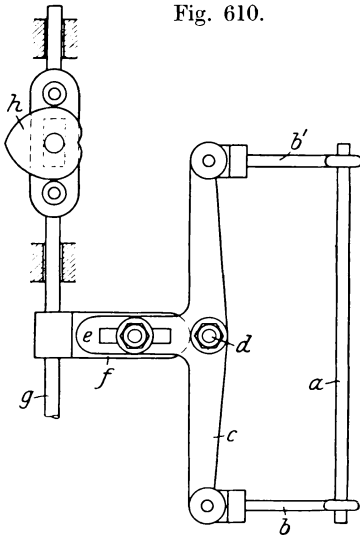


Fig. 609.

das gesponnene Bändchen von dem am Fadenführer befindlichen Auge ziemlich eng umschlossen und mit ihm hin und her bewegt; bei dem neuen Fadenführer jedoch liegt das Bändchen ganz frei oben auf der Stange und verdankt seine Hin- und Herbewegung den verschiedenen Lagen, in welche die Stange kommt. Man hat also den Vorteil, daß bei einer derartigen Changierung das Bändchen immer mit einer ebenen oder nur schwach gekrümmten Fläche in Berührung ist. Sie ist also von den bisher verwendeten Fadenführern darin verschieden, daß sie keine Hin- und Herbewegung ausführt wie jene, sondern eine schaukelnde oder schwingende Bewegung um einen bestimmten Punkt, der nicht von der Stelle geht. Natürlich ist es auch möglich, die neue Art der Changierung und Fadenführung mit der bekannten hin und her gehenden zu kombinieren, zu welchem Zwecke man nur das ganze System diese letztere Bewegung ausführen zu lassen braucht. Letztere Anordnung ist vorteilhaft, wenn man den

seitlichen Ausschlag des Fadens auf der Spule vergrößern will, um dadurch eine breitere Spule zu erhalten.

Bei der Ausführungsform nach Fig. 609 und 610 ist *a* eine Stange, die den eigentlichen Fadenführer bildet. Diese Stange kann in verschiedener Weise zum Schwingen gebracht werden. Bei dem dargestellten Beispiel sind *b* und *b'* zwei mit Ringen versehene metallene Stangen, in deren Ringen die Stange *a* aufgehängt ist. Das andere Ende der beiden metallenen Stangen ist an einer Schaukel *c* drehbar aufgehängt, die um einen Punkt *d* drehbar ist. Diese Schaukel kann nun mittels eines daran befestigten geschlitzten Arms *e* und eines zweiten mit letzterem beweglich verbundenen geschlitzten Arms *f* durch eine Stange *g*, die mittels eines Exzenters *h* bewegt wird, in eine schaukelnde Bewegung um den festen Punkt *d* versetzt werden. Es ist klar, daß dann

auch die Stange *a* eine schaukelnde Bewegung ausführt, ohne daß sie sich wesentlich von der Stelle bewegt.

Bei der Ausführungsform nach Fig. 611 ist die den eigentlichen Fadenführer bildende Stange bei *E* und *F* in derselben Weise wie bei der ersten Ausführungsform aufgehängt und erhält ebenso wie dort die Schaukelbewegung durch einen Exzenter *C* durch Vermittlung der bei *B* verbundenen geschlitzten Arme. Bei dieser Ausführungsform ist nun noch ein zweiter Exzenter *D* angebracht, der an dem Drehpunkt *A* der Schaukel angreift und dadurch der ganzen Vorrichtung die vorher erwähnte Hin- und Herbewegung erteilt. Die Achse des Exzenter *C* muß

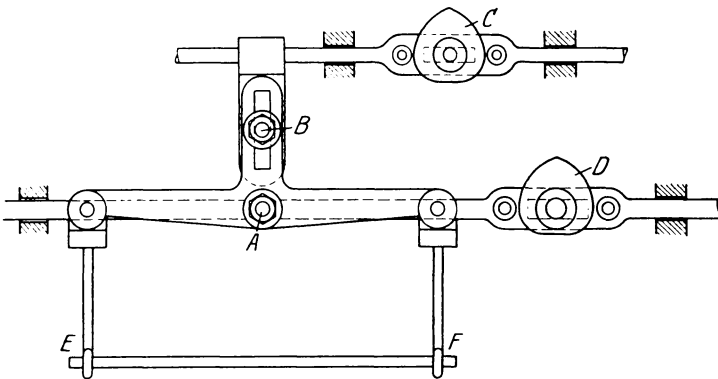


Fig. 611.

natürlich die gleiche Hin- und Herbewegung wie der Punkt *A* erhalten und deshalb mit der von dem Exzenter *D* bewegten Stange fest verbunden sein. Diese Verbindung ist in der Zeichnung der Übersichtlichkeit halber nicht besonders dargestellt.

Patentansprüche: 1. Fadenführer für Kunstfäden-Spinnmaschinen zum Spinnen bandförmiger Gebilde, wie Kunststroh, Filme usf., dadurch gekennzeichnet, daß er aus einer geraden oder schwach gekrümmten Stange (*a*) besteht, die periodisch um einen Drehpunkt (*d*, *A*) in Schaukelbewegung gebracht wird, ohne sich sonst von ihrer Stelle zu bewegen.

2. Fadenführer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er auch noch eine Hin- und Herbewegung ausführt.

Nach N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek.

1208. N. V. Nederlandsche Kunstzijdefabriek, Arnhem, Holl. Vorrichtung zur Herstellung bandförmiger Gebilde, wie Kunststroh, Filme usw.

D.R.P. 387 302 Kl. 29a vom 16. IX. 1922 (Prior. Niederl. 8. X. 1921).

Bei der Herstellung bandförmiger Gebilde hat man oft die Schwierigkeit, daß beim Aufwickeln mittels der Düsen neu geformter Bändchen letztere unregelmäßig zusammenklappen, und es ist meistens erwünscht, dieses Zusammenklappen gänzlich zu verhindern. Hierfür sind schon verschiedene Mittel vorgeschlagen. In gewissen Fällen ist es jedoch vorteilhaft, das Zellstoffbändchen wohl zusammenklappen zu lassen,

wenn dies nur auf regelmäßige Weise geschieht. Dies kann man dadurch bewirken, daß man den Schlitz, aus welchem gesponnen wird, an einer bestimmten Stelle verengt. Wenn jetzt das Bändchen aus der Flüssigkeit austritt, wird es an der Stelle, die mit der Verengung in dem Schlitz übereinstimmt und an welcher das Bändchen dünner ist, zusammenklappen. Wenn z. B. die Verengung gerade in der Mitte des Schlitzes angebracht ist, klappt auch das Bändchen genau in der Mitte durch. In Fig. 612 ist *a* die Spinndüse, *b* der in der Mitte verengte Schlitz, *c* das aus dem Schlitz austretende Bändchen, das beim Verlassen des Flüssigkeitsspiegels *f* anfängt, sich zusammenzulegen, *d* das zusammengeklappte Bändchen, für die Übersichtlichkeit der Zeichnung um 90° gedreht, *e* der Behälter für die Spinnbadflüssigkeit.

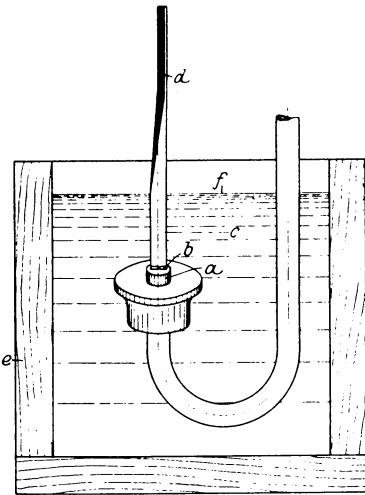


Fig. 612.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung bandförmiger Gebilde, wie Kunststroh, Filme usw., aus Zellstoff- und anderen Spinnlösungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Düsen-schlitz an einer bestimmten Stelle verengt ist, zum Zwecke, das Zusammenklappen des bandförmigen Gebildes auf regelmäßige Weise an der Düsen-schlitzverengung entsprechenden Stelle des Gehildes stattfinden zu lassen.

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung bandförmiger Gebilde, wie Kunststroh, Filme usw., aus Zellstoff- und anderen Spinnlösungen, dadurch gekennzeichnet, daß der Düsen-schlitz an einer bestimmten Stelle verengt ist, zum Zwecke, das Zusammenklappen des bandförmigen Gebildes auf regelmäßige Weise an der Düsen-schlitzverengung entsprechenden Stelle des Gehildes stattfinden zu lassen.

Nach Herminghaus u. Co.

1209. Herminghaus u. Co. G. m. b. H., Elberfeld. Verfahren zur Herstellung von Zellulosebändchen.

Schweiz. P. 108 046 vom 16. II. 1924.

Die aus Schlitzdüsen in üblicher Weise gesponnenen Bändchen werden auf einen Haspel aufgewickelt und in Strahnenform nachbehandelt.

h) Die Herstellung von Gewebenachahmungen.

Nach Ratignier und der Société H. Pervilhac et Cie.

1210. M. Ratignier und Société H. Pervilhac et Cie., Villeurbanne, Frankr. Verfahren zur Erzeugung von Gewebenachahmungen durch Einbringen von erstarrenden Massen, wie Kollodium, in das Muster vertieft enthaltende Formen.

D.R.P. 200 509 Kl. 75d vom 3. IV. 1907 (gelöscht); österr. P. 33 498; schweiz. P. 40 674; brit. P. 13 518¹⁹⁰⁷; franz. P. 384 934.

Das Verfahren kennzeichnet sich dadurch, daß die bekannten Ausgangsstoffe für die Kunstseideherstellung, wie Kollodium- oder Viskose-lösung oder eine Auflösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak, auf

eine in ständiger Bewegung begriffene Walze auflaufen, deren Oberfläche eine Gravur aufweist, die dem zu erzeugenden Muster entsprechend das Tüll-, Gaze- oder Musselgewebe oder das Muster einer Spitze oder Stickerei wiedergibt. In einiger Entfernung von dem Trichter, der z. B. die Zelluloselösung gleichmäßig über die Oberfläche der gravierten Walze verteilt, sind ein oder mehrere Abstreicher oder Messer, ähnlich den bekannten Rakeln im Zeugdruck, angeordnet, die derart eingestellt sind, daß sie auf der Oberfläche nur eine außerordentlich dünne Schicht der Zelluloselösung zurücklassen, jeden Überfluß dagegen abschaben. Hinter diesen Abstreichern wird aus einem geschlitzten oder gelochten Rohr auf die mit der Zelluloselösung bedeckte Walze eine Flüssigkeit aufgespritzt, durch die die Masse zum Erstarren gebracht wird. Derartige Flüssigkeiten sind in großer Anzahl bekannt, man kann unter ihnen eine geeignete Auswahl treffen, und diese richtet sich nach dem zur Erzeugung des Gewebes verwendeten Stoff. War dieser eine Lösung von Zellulose in Kupferoxydammoniak, so nimmt man verdünnte Schwefelsäure oder Alkalilösungen, bei Kollodiumlösung kaltes Wasser, bei Viskose Chlorzinklösung usw. Die überschüssige und von der Walze abtropfende Flüssigkeit wird in einem mit Abflußrohr versehenen Behälter gesammelt, während die genügend fest gewordene Masse an einer weiteren Stelle der Walze abgenommen und auf ein endloses Tuch gebracht wird, dessen Triebrollen sich zweckmäßig mit derselben Oberflächengeschwindigkeit drehen wie die Formwalze. Die jetzt von der Gewebenachahmung befreite Walze wird mit einer geeigneten Waschflüssigkeit, z. B. Wasser, bespritzt, und danach wird aus einem geschlitzten Rohr ein zweckmäßig heißer Luftstrom auf die Walze geblasen, um sie vollständig zu trocknen und zur Aufnahme und zum Festhalten neuer Masse geeignet zu machen. Die zweckmäßig aus Metall herzustellenden Formwalzen können selbstverständlich in bekannter Weise nach dem Abdrehen des Formmusters neu graviert werden.

Patentanprüche: 1. Verfahren zur Erzeugung von Gewebenachahmungen durch Einbringen von erstarrenden Massen, wie Kollodium, in das Muster vertieft enthaltende Formen, dadurch gekennzeichnet, daß gravierte, in ständiger Umdrehung um ihre Längsachse begriffene Walzen als Formen verwendet werden.

2. Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß auf die Walze ununterbrochen eine geeignete erstarrende Masse aufläuft und auf der Oberfläche der Walze mit einer die Erstarrung herbeiführenden Flüssigkeit behandelt wird, worauf die gebildete und feste Gewebenachahmung von der Walze abgenommen und letztere an den frei gewordenen Stellen gewaschen und getrocknet wird. (3 Zeichnungen.)

Über die Verzierung von Geweben nach einem ähnlichen Verfahren vgl. franz. P. 393412 derselben Erfinder.

Ältere, demselben Zwecke dienende Verfahren sind in dem österr. P. 138, dem franz. P. 368 393 und dem franz. P. 384 751 beschrieben.

Statt der in dem Ratignier - Pervilhacschen Verfahren benutzten einen Zuführungswalze für die Zelluloselösung werden bei der von

1211. J. M. de Sauverzac in dem franz. P. 420 086

angegebenen Einrichtung vier Zuführungsvorrichtungen benutzt, die in gleichen Abständen voneinander um die rotierende, gravierte Walze angeordnet sind. Es können auch je nach der gewünschten Dicke des Produktes noch mehr Zuführungsrohre vorgesehen sein. Die nacheinander aufgebrachtten Schichten haften aneinander, das Produkt wird gleichmäßig und läßt sich leicht von der gravierten Walze entfernen.

Vgl. hierzu auch Kunststoffe 1911, S. 200.

Eine ähnliche Einrichtung wie die des D.R.P. 200 509 beschreibt ferner die

1212. Compagnie Française des applications de la cellulose

in dem D.R.P. 271 020 vom 19. II. 1911 (gelöscht); österr. P. 58 795; brit. P. 5077¹⁹¹¹; Ver. St. Amer. P. 995 652 (Cl. Baj, Lyon).

Die Länge des Zuführungsschlitzes für die das Gewebe bildende Lösung und die Zahl der das Reinigungsmittel zuführenden Öffnungen werden einander entsprechend eingestellt. Der die Lösung zuführende Trog wird parallel zur Achse des gravierten Zylinders hin und her bewegt, um die Lösung gleichmäßig zu verteilen. Die Reinigungsvorrichtung besteht aus einem Rohr mit Löchern, von denen eine beliebige Anzahl durch einen Kolben in dem Rohr verschlossen werden kann, je nachdem eine größere oder kleinere Strecke des Zylinders mit der Waschflüssigkeit behandelt werden soll. Der gereinigte Zylinder wird durch eine Saugvorrichtung von anhaftender Flüssigkeit befreit. (4 Zeichnungen.)

Das D.R.P. hat folgenden

Patentanspruch: Vorrichtung zur Herstellung von künstlichen Geweben, bei der in fortlaufendem Arbeitsgange eine Masse auf eine rotierende, gravierte Walze gegossen und nach Behandlung mit einer die Erstarrung herbeiführenden Flüssigkeit von der Walze wieder abgezogen wird, worauf die Säuberung der Walze durch Waschen und Trocknen erfolgt, dadurch gekennzeichnet, daß die Wasch- und die pneumatische Trockenvorrichtung gemeinsam auf den seitlich liegenden Zuführungsröhren der letzteren so gelagert sind, daß sie ohne Änderung ihrer wirksamen Einstellung schnell abgenommen oder eingesetzt werden können und bei ihrer Wegnahme die gravierte Walze ohne weiteres aus der Maschine herausgenommen werden kann.

Künstliche gegossene Tülle sind als Ondine in den Handel gekommen (Kunststoffe 1912, S. 356).

Nach Schmid & Co. und Foltzer.

1213. T. Schmid & Co., Horn am Bodensee, und J. Foltzer, Metz. Verfahren zur Herstellung von Textilgebilden ähnlichen Produkten.

Schweiz. P. 69 514; franz. P. 463 400 (B. Borzykowski).

Eine erhärtbare Masse, z. B. aus einer Zelluloselösung oder aus Kasein, Fibrin, Maisin usw., wird durch einen Auflegeapparat in der

Dicke des gewünschten Stoffes entsprechender Schicht auf eine glatte Unterlage, z. B. einen Zylinder, eine Scheibe oder ein endloses Tuch, aufgetragen. Die auf der Unterlage aufgetragene Masse staut sich dann vor einer gravierten Preßwalze, welche unmittelbar oder in einiger Entfernung hinter dem Auflegeapparat angeordnet oder unmittelbar mit diesem verbunden sein kann. Durch diese gegen die Unterlage gepreßte, angetriebene gravierte Walze wird die Masse in Form von Gebilden abgepreßt, die den Gravierungen entsprechen. Das genügend fest gewordene abgepreßte Produkt wird auf der Oberfläche des Zylinders weitergeführt, taucht in eine Härteflüssigkeit und wird schließlich durch Zylinder abgezogen, in Waschflüssigkeiten gewaschen und aufgewickelt. Ein Anhaften der Gebilde in den Hohllinien der Preßwalze wird dadurch verhütet, daß man in die Hohllinien eine geeignete Fäll- oder Härtingsflüssigkeit spritzt, den Überschuß auf der Walzenoberfläche aber sorgfältig durch Abstreifmesser entfernt. Vor dem Aufbringen neuer Masse wird der Zylinder sorgfältig abgewaschen und getrocknet. Ein Ankleben der Gebilde kann auch dadurch verhindert werden, daß bei Anwendung einer durch Hitze erhärtbaren Masse die Preßwalze auf die erforderliche Temperatur erwärmt wird. Besondere Wirkungen lassen sich dadurch erzielen, daß der Lösung oder plastischen Masse gefärbter Faserstaub beigemischt oder solcher Faserstaub mit der Fällflüssigkeit in die Hohllinien der Preßwalze eingetragen wird, so daß diese Fasern beim Abpressen und gleichzeitigen Ausfällen der Masse an der Oberfläche der Gebilde anhaften. Auch flüssiger Gummi, Talkum, Metallpulver usw. können zur Bildung der Oberflächenschichten herangezogen werden. Das Trocknen wird auf Zylindertrockenmaschinen, zwischen glatten oder gerieften Metallblechen oder Metallgeweben oder zwischen Kardengarnituren vorgenommen. Die Gebilde können auch in einer Zentrifuge oder auf einer, u. U. zwischen zwei gelochten Hülsen aufgewickelt und in dieser Form auf einer sich schnell drehenden Spindel aufgesteckt getrocknet werden, so daß durch die Flihkraft ein Schrumpfen verhütet wird. (1 Zeichnung.)

Nach dem

1214. schweiz. Zusatzpatent 70 719

werden die nach der Formung des durchbrochenen Produktes noch zwischen den Maschen anhaftenden Häutchen und ausgefallten Filmteilchen durch eine Abstreifvorrichtung entfernt. Das abgepreßte Textilgebilde wird nicht mit dem die Unterlage bildenden Zylinder weitergeführt, sondern bleibt in den Gravuren der Preßwalze eingedrückt und wird von dieser bis zu einem endlosen Bande mitgenommen, durch das es abgeführt wird. Die Masse kann aus Zellulose (z. B. Baumwollfasern oder Zellstoff), die von der Lösungsflüssigkeit nicht vollständig aufgelöst, sondern nur aufgeschlossen wurde, bestehen, es kann der Masse Stärke und Gluten, z. B. in Lauge aufgeschlossen, sowie glänzendes, einheitlich oder verschieden gefärbtes Glaspulver (Spiegelglas) beigemischt werden. Mit solchen teigartigen Massen erhält man weichere und weniger glasige Produkte, die kleinen Flächen des Glaspulvers bewirken besondere Lichteffekte. Die Masse kann auch künstliche

Metallgebilde darstellen, diese Wirkung kann durch Beimischung von Metallpulver zu der Masse auch auf elektrischem Wege oder durch Galvanisieren erreicht werden. Ferner kann die Masse metallisiert und mit einer Kupferschicht überzogen werden, wenn der plastischen Masse vorher Eisenpulver beigemischt wurde und das fertige Produkt in eine Kupferlösung getaucht wird; durch das Vorhandensein des Eisens setzt sich eine Kupferschicht auf den Stoffimitaten ab, die dann u. U. noch mit einem Lack überzogen werden kann. Es können auch weiche, leichte und poröse Produkte hergestellt werden, indem eine Masse bereitet wird, die aus zwei verschiedenen Lösungen und verschiedenen Ausgangsprodukten zusammengesetzt ist (z. B. aus einer Zelluloselösung und einer Fibrinlösung) und wovon später aus den fertigen Gebilden eines dieser Ausgangsprodukte (z. B. das Fibrin) herausgelöst wird. Es bleibt dann ein zusammenhängendes mikroskopisches Skelett, das sich sehr leicht färben läßt und einen besonders weichen Griff besitzt. (5 Zeichnungen.)

i) Die Herstellung künstlicher Baumwolle und wollartiger Kunstfasern.

Die ersten Angaben über die Erzeugung einer wolle- oder baumwolleartigen Kunstfaser machte Fr. Beltzer im *Moniteur scientifique du Docteur Quesneville* 1908, S. 20. Dort heißt es: „Es war mir möglich, Proben von künstlichen Gespinnstfasern zu prüfen, welche im Gewirr (en vrac) hergestellt, vollkommen in holzartiger Form regeneriert und fertig zum Verspinnen waren. Das Aussehen dieser Fasern war das von Wolle guter Beschaffenheit. Die neue Spinnfaser, die sich von der Zellulose ableitet, kann durch Fällung geeigneter Zelluloselösungen als Fadengewirr mittels Salz- oder Meerwasser erhalten werden. Es ergibt sich hieraus, daß die faserige Struktur der Zellulose sich auch noch in ihren Lösungen erhalten hat. Der Herstellungspreis dieser regenerierten Faser würde 0,50 Fr. für das Kilo nicht übersteigen, ihre Verspinnung würde wie die von Baumwolle oder Naturwolle erfolgen. Wenn in naher Zukunft die Herstellung dieser Kunstfaser eingerichtet sein wird, wird die Faser billiger sein als gewöhnliche Baumwollen, und sie wird das Aussehen schöner, fester und glänzender Wolle haben.“

Genauere Angaben über die Erzeugung dieser Faser finden sich im nachstehenden Patent.

Nach Pellerin.

1215. A. Pellerin, Neuilly s. S. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden in Form eines Fadengewirres.

Österr. P. 55 749; franz. P. 410 776; schweiz. P. 54 646; Ver. St. Amer. P. 1 128 624; brit. P. 7748¹⁹¹⁰; schwed. P. 34 229.

Die Erfindung bezieht sich auf die Herstellung eines neuen industriellen Produktes, welches aus einer fadenartigen Masse von künst-

licher Seide besteht und welches in der Textilindustrie benutzt werden kann, um wie Baumwolle und Wolle gekratzt und versponnen zu werden, oder welches auch andere Verwendungen, beispielsweise als Polstermaterial, finden kann. Bisher stellte man künstliche Seide lediglich in Form von Fäden dar, welche fertig waren, direkt für die Weberei benutzt zu werden. Es war daher notwendig, daß die Fäden sehr widerstandsfähig und sehr regelmäßig waren. Zu diesem Zweck mußte man sehr reine Zelluloselösungen anwenden, die frei von Luftblasen waren und man mußte die Fäden mit großer Sorgfalt herstellen, entweder einen nach dem andern oder immer nur eine kleine Anzahl auf einmal. Hieraus folgte, daß der Herstellungspreis der künstlichen Seidenfäden, die immerhin minderwertig waren gegenüber den Fäden von Naturseide, sehr viel höher war als der von Baumwolle oder Wolle. Nach dem vorliegenden Verfahren läßt man eine Zellulosexanthogenatlösung durch einen filtrierenden Körper hindurchgehen, der eine große Anzahl von außerordentlich feinen Öffnungen besitzt, beispielsweise durch ein Gewebe. Man erhält auf diese Weise ein Gewirr von Fäden, welches durch die feinen Öffnungen hindurch in das Fällbad, z. B. auf einen durch das Bad hindurchgeführten Riemen ohne Ende, fällt. Auf diese Weise entsteht eine Fadenmasse, die aus einer großen Anzahl von Fäden gebildet ist. Diese Fäden sind sehr dünn und liegen ohne Ordnung durcheinander. Es lassen sich Zellulosexanthogenatlösungen verwenden, die nicht gereinigt sind und bisher für die Herstellung von Fäden ungeeignet waren. Denn es ist von wenig Bedeutung, ob die Fäden der Fadenmasse nach der Erfindung regelmäßig und kontinuierlich sind. Es ist nicht mehr nötig, das Ausgangsmaterial zu filtrieren und den Lösungen die Luftbläschen zu nehmen. Es ist ferner ohne Bedeutung, wenn bei den tausenden von kleinen Öffnungen des filtrierenden Körpers auch eine gewisse Anzahl sich bei der Fadenbildung verstopft. Es ist daher keinerlei Vorsicht mehr bei dem Auffangen der Fäden nötig, denn die Fäden können durcheinander gemischt werden, ohne daß dies einen schädlichen Einfluß ausübt. Wenn die Fäden später für das Spinnen verwendet werden, so wird das erhaltene Fadengewirr einfach gekratzt und dann werden die Fäden gesponnen, wie dies bei den gewöhnlichen Textilwaren der Fall ist. Wird die Fadenmasse aus unreiner Zellulosemasse hergestellt, so läßt sie sich leichter reinigen als die Fäden aus künstlicher Seide, weil sie, auf dasselbe Gewicht berechnet, eine viel größere Oberfläche bieten und besser durch die Reinigungsflüssigkeit angegriffen werden. Das neue Produkt eignet sich daher auch sehr gut für die Herstellung aller reinen Zelluloseprodukte, verspinbarer Lösungen, Explosivprodukte, Esterzellulosen usw. Bei der Herstellung der Fadenmasse verwendet man vorteilhaft ein saures Fällbad, z. B. auf 20° Bé verdünnte Schwefelsäure.

In Deutschland ist das Verfahren nicht geschützt worden. Es wurde in Arques la Bataille ausgeübt.

1216. A. Pellerin. Verbesserungen in der Herstellung von Fäden aus hydratisierter Zellulose.

Franz. P. 466 292; schweiz. P. 71 446; brit. P. 121 734; D.R.P. 370 444 Kl. 29a vom 20. IX. 1919 (gelöscht), (Prior. Frankr. 20. XI. 1913).

Es handelt sich um Verbesserungen in den Verfahren der französischen Patente 410 776¹⁾ und 442 022²⁾, bei denen eine zum nachträglichen Kardern und Zwirnen geeignete wirre Fadenmasse erzeugt wird, die auf einem endlosen Transportband aufgenommen wird oder auf Trommeln aufläuft. Um bei diesen Verfahren den Faden nach Belieben zu verfeinern, ihn zu strecken und dadurch ihm höheren Glanz zu geben, wird er gleich nach seiner Bildung einer Streckung unterworfen, die beliebig eingestellt werden kann. Aus der Spinnöse treten die Fäden in ein Fäll- und Fixierbad und gelangen als Fadenmasse zu einer Abzugsvorrichtung, deren Schnelligkeit beliebig geändert werden kann, ohne daß man den Gang der Maschine unterbrechen muß. Die Abzugsvorrichtung besteht aus einer umlaufenden Trommel, die durch Vorgelege verschiedene Geschwindigkeit erhält. Durch einen Schaber wird die Fadenmasse von der Trommel abgenommen. (2 Zeichnungen.)

Nach Bourbon und Cassier.

1217. J. Bourbon und P. Cassier. Verfahren zur Herstellung künstlicher Baumwolle.

Franz. P. 429 679.

Das Verfahren besteht darin, daß eine Zelluloselösung von geeigneter Viskosität in eine Zentrifuge gebracht wird, ähnlich der, die zur Herstellung von Fadenzucker angewendet wird. Bei der Drehung der Zentrifuge wird die Zellulose in Form äußerst fein gekardeter Baumwolle abgeschieden, die im Maße ihrer Entstehung aus dem Apparat entfernt wird.

Nach Bloch.

1218. A. Bloch. Herstellung von Zellulosewatte (künstlicher Baumwolle).

Franz. P. 447 068.

Die zu verarbeitende Zellulose wird in einem schwach alkalischen Bade von Fettstoffen befreit, stark ausgedrückt und mit einer Chlorkalklösung von 2,5 g im Liter gebleicht. Man nimmt sie dann durch ein schwaches Natrium- und Kaliumkarbonatbad. Ein schnell bleichend wirkendes Bad besteht z. B. aus 10 kg Chlorkalk, 6 kg Aluminiumsulfat, $\frac{2}{3}$ kg Magnesiumsulfat, 200 l Wasser. Die Zellulose wird dann sorgfältig gewaschen und abgeschleudert. Sie wird dann in Schweizerscher Lösung gelöst und unter Druck filtriert. Die Abflußöffnung des Filters befindet sich über dem Einsatz einer Zentrifuge, wie sie in dem belgischen Patent vom 18. VIII. 1911 von Bloch beschrieben ist. Ist die erhaltene Baumwolle runzlig, so setzt man auf 1 l Lösung 1 g Rizinusöl hinzu. In den Fälltrog der Zentrifuge gibt man eine große Menge Wasser

¹⁾ Siehe vorstehend. — ²⁾ Siehe S. 793.

und zur Unterstützung der Fällung einen Zusatz von Schwefelsäure. Um den Fälltrog bringt man eine Art Karde an, deren Spitzen die Baumwolle zurückhalten und verhindern, daß unvollkommen gefällte Fäden sich verkleben.

Nach Feßmann.

1219. L. Feßmann, Augsburg. Verfahren zur Herstellung von künstlicher Baumwolle, Kunstseide u. dgl. auf dem Wege des Kunstseideverfahrens.

D.R.P. 317 181 Kl. 29a vom 5. IX. 1918 (gelöscht).

Die üblichen Verfahren zur Herstellung von Kunstseidefäden bestehen in der Hauptsache darin, daß Zellulose zunächst in lösliche Form übergeführt wird, worauf man diese Lösung durch feine Düsen preßt und den Flüssigkeitsstrahl unmittelbar in die Erstarrungslösung überführt, um das Lösungsmittel zu beseitigen. Die auf diese Weise gewonnenen Kunstseidefäden besitzen nun eine durch die Art des gehandhabten Verfahrens bestimmte Struktur, die von der Natur des mechanisch gesponnenen Seiden- oder Baumwollfadens nicht unerheblich abweicht. Während letzterer aus einer Anzahl miteinander versponnener Einzelfasern von verschiedenen Längen besteht, stellt der Kunstseidefaden ein zusammenhängendes Gebilde dar, dessen Gefügebeschaffenheit durch die Beseitigung des Lösungsmittels stark hygroskopisch und damit sehr wasseraufnahmefähig wird. Die gespritzten Kunstseidefäden, die das Rohmaterial für die weiteren textiltechnischen Maßnahmen bilden, sind daher in ihrem Charakter, sowohl nach der physikalischen als auch nach der rein technologischen Seite hin, ganz verschieden von den natürlichen Seide- oder Baumwollfäden. Insbesondere zeigen alle nach dem bisherigen Verfahren hergestellten Kunstprodukte den großen Nachteil, daß sie sehr wasseraufnahmefähig sind. Der Kunstseidefaden, der in endlosen Längen erzeugt werden kann, ist vergleichbar mit einem äußerst dünnen Stäbchen, dessen Querschnitt dem der verwendeten Spritzdüse entspricht, und da der Faden naturgemäß zunächst an der Oberfläche erstarrt, so muß der Kern des Fadens eine Veränderung erleiden, d. h. die Homogenität wird nicht gleichwertig sein. Je feiner nun der erzeugte Faden sein wird, um so geringer werden diese Nachteile in Erscheinung treten. Dazu kommt noch, daß der gespritzte Faden als ein in sich abgeschlossenes Produkt niemals den mechanischen Beeinflussungen unterworfen werden kann, welchen z. B. die Baumwollfasern beim Verspinnen ausgesetzt sind, d. h. ein aus einzelnen Fasern zusammengesetzter Faden wird andere Eigenschaften haben als ein Kunstseidefaden. Insbesondere bestehen hinsichtlich der Elastizität erhebliche Unterschiede.

Um nun die Vorzüge des mechanisch gesponnenen Fadens zu erreichen, werden gemäß der Erfindung keine gespritzten Fäden von unendlicher Länge erzeugt, sondern es wird zur Bildung von watte- oder flockenartigen Erstarrungsprodukten übergegangen. Diese flockenartigen, auf dem üblichen Wege der Kunstseideherstellung gewonnenen

Erzeugnisse können daher genau in derselben Weise verarbeitet werden wie Baumwolle, wobei außerdem noch der Vorteil erreicht wird, daß die Düsen erheblich feiner gehalten werden können, weil es nicht darauf ankommt, Fadengebilde von unendlicher Länge zu erzielen. Das Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß man die Zelluloselösung unter einem derartig geringen Druck in die Erstarrungsflüssigkeit übertreten läßt, daß sie gewissermaßen beim Übertritt schlierenartig zerfließt und flockige Gebilde ergibt. Dieses Zerfließen des Zellulosestrahles kann noch dadurch begünstigt werden, daß man jeweils zwei oder mehrere Spritzdüsen so gegeneinander richtet, daß sich die austretenden Flüssigkeitsstrahlen treffen und sich an ihrer Prellfläche schlierenartig verbreitern. Ein anderer Weg zur Erzeugung der Flocken ist der, daß man in geringem Abstand von der Düsenöffnung aus Glas oder Metall bestehende Prellflächen anordnet, an welchen die Verteilung des Flüssigkeitsstrahles erfolgt.

Patentanprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von künstlicher Baumwolle, Kunstseide u. dgl. auf dem Wege der Kunstseideverfahren, dadurch gekennzeichnet, daß man zwei oder mehrere Spritzdüsen derart gegeneinander richtet, daß sich die einzelnen Flüssigkeitsstrahlen direkt vor der Mündung treffen und hierdurch zu schlierenartigen Gebilden verteilt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man vor den Spritzdüsen aus Glas oder Metall bestehende Prellflächen anordnet, durch welche die schlierenartige Verteilung des Spritzgutes erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Zelluloselösung unter stark vermindertem Druck in die Erstarrungslösung übertreten läßt.

Nach Kraiss.

1220. Dr. P. Kraiss, Tübingen. Verfahren zur Herstellung wollartiger Kunstfasern und Gespinste.

D.R.P. 302 611 KL 29b vom 1. II. 1917 (gelöscht).

Durch Mahlen mit Wasser im Kollergang oder durch andere geeignete Mittel kann man Wolle, Haare, Horn, Leder und deren Abfälle, d. h. Staub, Schnitzel, kurze Fasern, die an sich zu klein sind, um die für die genannten Stoffe sonst üblichen Verwendungen zu gestatten, zu äußerst feiner Verteilung bringen. Während nun die Verarbeitung solcher feinst gemahlener Stoffe zu Papier Schwierigkeiten bietet oder unmöglich ist, weil die einzelnen Teilchen keinen Zusammenhang haben, und während sie andererseits zum Spinnen durch Düsen, etwa in Mischung mit den gebräuchlichen viskosen Lösungen für Kunstseide, nicht geeignet sind, weil sie die Düsen verstopfen, hat sich erwiesen, daß es gelingt, spinnbare Fasern aus diesen Stoffen herzustellen, wenn man mit Lösungen geeigneter anderer Stoffe, wie Gelatine, Leim, Acetylzellulose oder sonstigen viskosen Lösungen von Zellulose oder Zelluloseverbindungen unter Zusatz von geschmeidigmachenden Mitteln

Filme herstellt und diese dann in feine Fasern zerschneidet, die zum Spinnen geeignet sind, oder die Filme in Streifen schneidet oder in Streifenform herstellt, so daß diese sich nach Art der Papiergarne verspinnen lassen. Auf diesen Wegen lassen sich neue Fasern und Gespinste herstellen, die, insbesondere wenn Gelatine oder Leim die bindenden Mittel sind, in hohem Maße die Eigenschaften der Wolle besitzen. Um Gelatine oder Leim unlöslich zu machen, setzt man der Mischung die nötige Menge einer Chromverbindung, z. B. Bichromat oder Chromalaun, zu. Durch Nachbehandlung der Filme mit Formaldehyd, Tannin oder dessen Ersatzmitteln oder mit Tonerdesalzen lassen sich die Filme, Fasern oder Gespinste noch härten, so daß ein hoher Grad von Unempfindlichkeit gegen heißes Wasser erzielt werden kann. Neben geschmeidig machenden Mitteln, wie Glycerin und dessen Ersatzmittel, ferner den bei der Filmherstellung gebräuchlichen Esterverbindungen, wie Triphenylphosphat, lassen sich auch Öle und Fette, besonders solche, die nicht trocknen und leicht Emulsionen bilden, bis zu einem gewissen Grad beimischen. Ein Film wird z. B. folgendermaßen hergestellt:

Auf eine mit dünner Wachsschicht überzogene Glasplatte von 13×18 cm Fläche wird folgende Mischung aufgetragen, gleichmäßig verteilt und dann bei mäßiger Temperatur getrocknet: 12 ccm 5% iger Gelatinelösung, 3 ccm 10% iger Paste aus feinst gemahlener Wolle, 0,5 ccm Glycerin, 1,2 ccm 5% iger Chromalaunlösung. Man erhält nach dem Trocknen einen sehr knickfesten und elastischen Film von etwa 0,07 mm Dicke, der sich leicht von der Wachsschicht abnehmen läßt. Je nach der Menge der Mischung kann man dickere oder dünnere Filme herstellen. So wurden Filme von nur 0,03 mm noch brauchbar gefunden. Diese Filme lassen sich mit geeigneten Schneidevorrichtungen in äußerst dünne Fasern zerschneiden, die man dann für sich allein oder mit anderen Fasern vermischt verspinnen kann. Oder man kann sie in Streifen schneiden oder in Streifenform herstellen und dann nach Art der Papiergarne verspinnen.

Patentanpruch: Verfahren zur Herstellung wollartiger Kunstfasern und Gespinste, dadurch gekennzeichnet, daß man Filme aus feinst gemahlener Woll-, Haar-, Horn- oder Lederabfällen mit geeigneten Bindemitteln herstellt und diese in Fasern schneidet oder in Streifenform verspinnt.

1221. Dr. P. Kraiss, Tübingen. Verfahren zur Herstellung wollartiger Kunstfasern und Gespinste.

D.R.P. 303 731 Kl. 29b vom 29. III. 1917 (gelöscht), Zus. z. D.R.P. 302 611.

Statt die im Hauptpatent (s. vorstehend) für die Vereinigung der feingemahlener Abfälle von Wolle, Haaren, Horn oder Leder genannten Bindemittel zu verwenden, kann man auch die feingemahlener Abfälle mit Papiermasse mischen, aus dem Gemisch Papier herstellen und letzteres in üblicher Weise pergamentieren, also z. B. durch Behandlung mit Schwefelsäure vom spez. Gew. 1,7 oder mit warmer Chlorzinklösung vom spez. Gew. 1,9, und dann auswaschen. In diesen Fällen wirkt die pergamentierte Papiermasse als Bindemittel. Man kann auf

diese Weise Pergamentpapiere herstellen, die z. B. einen Wollgehalt von 50% und mehr besitzen, sehr fest sind, durch geeignete Behandlung und Zusätze geschmeidig und wasserfest gemacht werden können und für die im Hauptpatent genannten Zwecke zur Verwendung geeignet sind.

Patentanspruch: Weitere Ausbildung des Verfahrens des Hauptpatents, dadurch gekennzeichnet, daß als Bindemittel Papierstoff, der pergamentiert wird, angewendet wird.

Nach Claviez.

1222. E. Claviez, Adorf i. Vogtl. Verfahren und Erzeugnis zur Herstellung von Fäden aus dem zu Filmen, Bahnen u. dgl. verarbeiteten Vorprodukt der Kunstseide.

D.R.P. 349 461 Kl. 29b vom 26. V. 1918 (gelöscht); brit. P. 147 585.

Die Ansprüche des D.R.P. lauten:

1. Verfahren zur Herstellung von Fäden aus dem zu Filmen, Bahnen u. dgl. verarbeiteten Vorprodukt der Kunstseide, darin bestehend, daß dem Vorprodukt vor oder während seiner Verarbeitung zu Bahnen, Filmen oder Bändern Textilfasern beliebigen Ursprungs beigemischt und die so erhaltenen Bahnen, Bänder od. dgl. zu Fasern zerkleinert oder in Streifen geschnitten werden, die wie tierische oder pflanzliche Fasern versponnen oder wie Papiergarne drelliert werden.

2. Zur Herstellung von nach Anspruch 1 verspinnbaren Fasern oder drellierbaren Streifen verwendbares Erzeugnis, bestehend aus einem durch Pressen, Fixieren und Trocknen einer der als Vorprodukt der Kunstseide bekannten breiartigen Lösungen von Zellulose, Nitrozellulose usw. gewonnenen Körper, dem Textilfasern beliebiger Art beigemischt sind.

Nach Glanzfäden A.-G.

1223. Glanzfäden A.-G., Petersdorf i. Riesengeb. Verfahren zur Herstellung von Wolleersatz aus Zellstoff- und ähnlichen Lösungen.

D.R.P. 312 304 Kl. 29b vom 15. VII. 1917 (gelöscht); schweiz. P. 84 238; brit. P. 135 206; österr. P. 92 478; franz. P. 518 409; Ver. St. Amer. P. 1 383 742; norweg. P. 30 398.

Bei der Herstellung von künstlichen Fäden aus Zellstofflösungen richtet sich bei den verschiedenen bekannten Verfahren das Hauptaugenmerk auf die Erzielung eines hochglänzenden, glatten Fadens. Allerdings bestehen auch einige Verfahren, welche den Zweck verfolgen, den künstlichen Fäden einen matten Glanz zu verleihen oder den Glanz abzustumpfen. Als Mittel hierfür sind vorgeschlagen die Einverleibung von Blei- und Zinnsalzen in den Faden¹⁾ oder der Gebrauch eines Spinnbades, welches außerordentlich hohe Mengen von Natronsalzen enthält. Wenn es auch hierdurch gelingt, den Glanz der künstlichen Fäden zu mildern, so entsteht doch ein Produkt, welches mit Rücksicht auf seine Glätte wieder der Kunstseide vollkommen ähnelt. Auch be-

¹⁾ Siehe S. 974.

deuten derartige Behandlungsweisen eine erhebliche Mehrbelastung des Artikels, und soweit Metallsalze in Frage kommen, entstehen hygienische Bedenken, falls das Gespinnst Bekleidungs Zwecken dienen soll. Tatsächlich sind diese Mittel auch nur in Vorschlag gebracht worden für die Erzeugung eines Haarersatzes. Es findet sich ferner in der Literatur ein Hinweis, daß man durch Fällen von Zelluloselösungen im Gewirr eine wollartige Faser herstellen kann. Die fragliche Veröffentlichung¹⁾ ist jedoch so unbestimmt, daß genaue Arbeitsbedingungen aus ihr nicht entnommen werden können.

Infolge der durch die Kriegslage bedingten Knappheit an Wolle und Baumwolle, die auch nach Friedensschluß voraussichtlich noch mehrere Jahre bestehen bleiben wird, ergab sich nun die Notwendigkeit eines Ersatzes aus Rohstoffen, die in genügender Menge im Inland zur Verfügung stehen. Kunstseide wurde früher ausschließlich durch Auflösung von Baumwolle hergestellt; in den letzten Jahren gelang es jedoch, auch aus Holzzellstoff ein gutes hochglänzendes Produkt zu fertigen. Mithin lag hier schon ein Gespinnst vor, das in beliebigen Mengen aus heimischen Rohstoffen hergestellt werden konnte. Man hatte auch schon den bei der Kunstseidenherstellung entstehenden Ausschuß geschnitten, kardiert und meistens im Gemisch mit anderen Fasern zu Garn versponnen. Es handelte sich jedoch hierbei immer um Kunstseide mit der bekannten glänzenden und glatten Eigenschaft, die Wolle nicht zu ersetzen vermag. Die anfallenden Mengen waren überdies naturgemäß ganz gering, und ein absichtliches Herstellen von Ausschuß verbietet sich infolge des außerordentlich hohen Herstellungspreises der Kunstseide.

Die vorliegende Erfindung erreicht nun die Herstellung eines Stoffes, welcher die Eigenschaften von Schafwolle in hohem Grade besitzt und sich namentlich für Strickgarne hervorragend eignet. Die nach vorliegendem Verfahren hergestellte Ersatzwolle besitzt den milden Glanz der besten Wollesorten, sie ist weich und voluminös wie diese und als Garn versponnen reichlich so fest und unverwüßlich im Gebrauch. Das daraus gefertigte Strickgarn wird nach dem Waschen noch weicher, während Wolle leicht zum Verfilzen neigt. Schließlich gelingt es, auf Grund des neuen Verfahrens und seiner technischen Durchführung den Herstellungspreis des Wolleersatzes unter demjenigen von guter Wolle zu halten.

Das neue Verfahren benutzt zunächst Holzzellstofflösungen u. dgl., wie sie nach den bekannten Verfahren hergestellt und auf Kunstseide versponnen werden. Bei letzterer Fabrikation wird der Faden aus Spinn­düsen mit gewöhnlich 10—30 Spinnlöchern in das Fällbad gespritzt und dann auf Bobinen von mäßigem Umfang aufgespult. Dies ist erforderlich für die Aufrechterhaltung einer gleichmäßigen Spannung des Fadens während der anschließenden Maßnahmen, wie Ausscheiden der Lösungsmittel, Waschen und Trocknen des Gespinnstes, da erst bei voller Aufrechterhaltung der bei diesen Vorgängen auftretenden Span-

¹⁾ Siehe S. 1022.

nung der Fäden den typischen Glanz und die erforderliche Festigkeit der Kunstseide erhält; auch ist die volle Auflage der frisch gesponnenen Fäden auf kleinen zylindrischen Körpern mit voller Mantelfläche schon deshalb nötig, um eine Verwirrung der feinen Elementarfäden zu verhüten und ein nachheriges Umspulen zwecks Verzwirnung zu ermöglichen. Diese Erfordernisse bedingen einen großen Aufwand an technischen Mitteln und Arbeitshänden bei verhältnismäßig geringer Fabrikation und daher den hohen Einstandspreis der Kunstseide.

Bei dem vorliegenden Verfahren für die Herstellung eines Wolleersatzes wird die gleiche Spinnmasse aus großen Spinndüsen mit einer beliebig hohen Anzahl Spinnlöcher in das Fällbad gespritzt und auf großen Haspeln mit einem Umfang von etwa 1200 mm oder mehr aufgewunden. Ein einziger Spinnkopf kann auf diese Weise in 24 Stunden 20 kg Gespinst und mehr liefern, während die entsprechende Leistung bei Erzeugung von Kunstseide im Mittel nur 1 kg beträgt. Die aufgewundenen Garnlagen werden von Zeit zu Zeit von den Haspeln heruntergezogen und durch eine einmalige Operation von den sämtlichen in ihnen enthaltenen Lösungs- und Spinnbadchemikalien befreit, so daß die sich daran anschließende Trocknung der Garnbündel schon das gebrauchsfertige Produkt ergibt, welches wie Schafwolle weiterverarbeitet werden kann.

In der Weiterbehandlung der an den Spinnmaschinen auf großen Haspeln aufgewundenen Garnlagen, deren Fäden aus mehreren hundert Einzelfäden bestehen können, liegt das Hauptmoment des neuen Verfahrens. Ein Herauslösen der in den Fäden enthaltenen Chemikalien ohne jede Spannung bei diesem Vorgang würde ein blindes und brüchiges Produkt ergeben. Es muß daher eine gelinde Spannung aufrechterhalten werden, die noch genügt, um ein festes Gespinst mit nur mildem, wolleartigem Glanz zu erzielen. Es konnte nun festgestellt werden, daß die erforderliche richtige Spannung dann eintritt, wenn die Stränge durch chemische starke Traufebäder sowie Waschbäder in dieser Form von sämtlichen Chemikalien befreit werden. Die lebendige Kraft der Traufebäder hält hierbei den aufgehängten Strang in einer Spannung, welche dem beim Ausscheiden der Chemikalien auftretenden Zusammenziehen der Fäden in dem Maße entgegenwirkt, daß ein festes Gespinst entsteht, treibt diese Spannung jedoch nicht so weit, daß ein Produkt entstände, welches das Ansehen von Kunstseide annimmt. Das Gespinst erhält vielmehr durch diese Behandlung genau den Charakter von Schafwolle und eignet sich als bester Ersatz für diese. Gleichzeitig gestattet die geschilderte Behandlungsweise einen ganz besonders kurzen und wirtschaftlichen Arbeitsgang, indem eine beliebig lange Reihe von Traufebädern, deren Größe und Zusammensetzung sich nach der Leistungsfähigkeit und der Eigenart der bei der Herstellung der Spinnmasse angewandten Lösungsverfahren richten, hintereinandergeschaltet werden und die frisch gesponnenen Garnstränge mittels einer Fördervorrichtung durch sämtliche Traufenbäder hindurchgeführt werden, derart, daß auf dem einen Ende der Bäderreihe die Garnstränge eintreten und am anderen Ende, von sämtlichen Chemikalien befreit,

als reines Zellstoffgespinnst mit dem erstrebten Wollecharakter abgeliefert werden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Wolleersatz aus Zellstoff- und ähnlichen Lösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die in üblicher Weise gebildeten künstlichen Fäden von den in ihnen enthaltenen Lösungs- und Spinnbadchemikalien unter einer Spannung befreit werden, welche durch die lebendige Kraft auf sie einwirkender Traufenbäder erzeugt wird.

2. Eine Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das mittels Düsen mit einer möglichst großen Anzahl von Spinnlöchern in bekannter Weise gefertigte Gespinnst in Strangform so durch eine Reihe von chemischen und Waschtraufenbädern geführt wird, daß die Ausscheidung sämtlicher Chemikalien unter der erstrebten Spannung in einem Zuge erfolgt.

Eine Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens beschreibt das Ver. St. Amer. Patent.

1224. Glanzfäden A-G., Petersdorf i. R. Verfahren zur Herstellung eines wollartigen Gespinnstes aus Viskoselösungen.

D.R.P. 389 394 Kl. 29b vom 23. II. 1918; brit. P. 135 205; franz. P. 518 410; Ver. St. Amer. P. 1428 246; norweg. P. 32408; schweiz. P. 85532; österr. P. 98833.

Es ist bekannt, daß bei der Herstellung für die Erzeugung von Kunstseide brauchbarer Viskoselösungen die Zellulose zunächst einer weitgehenden Hydratisierung mittels Alkalilauge unterzogen werden muß, da sie nur dann unter der Einwirkung des Schwefelkohlenstoffs sich in alkalischem Wasser zu einer derartig dünnflüssigen und homogenen Lösung umwandelt, daß die Bildung vollständig glattwandiger und hochglänzender Fäden ermöglicht wird. Für die Erreichung des richtigen Hydratisierungsgrades der Zellulose sind 2—3 Tage erforderlich, und die aus solcher Hydratzellulose hergestellte Viskoselösung muß mindestens noch weitere 4 Tage reifen, ehe sie versponnen werden kann. Beim sofortigen Verspinnen entsteht ein vollkommen blindes, brüchiges Gespinnst, indem die stark hydratisierte Zellulose im Koagulationsbade in einer solchen diffusionsunfähigen Form ausgefällt wird, daß die im Faden eingeschlossenen und sich heftig zersetzenden Lösungsreagenzien die Wandungen des Fadens zerfetzen. Mit zunehmender Reife der Lösung scheidet sich bekanntlich der größere Teil des Ätznatrons und Schwefelkohlenstoffs aus dem Zellulosexanthogenatmolekül wieder aus, so daß die ungestörte Fällung des Zellulosehydrats mittels geeigneter milder Fällbäder gelingt. Das ganze Verfahren ist kostspielig und zeitraubend, da die Herstellung einer für Kunstseide geeigneten Spinnlösung ungefähr 9 Tage in Anspruch nimmt, während dieser Zeit bestimmte Temperaturen einzuhalten sind, eine umfangreiche Apparatur für die Lagerung der Spinnmassen erforderlich ist und schließlich beim Verspinnen der Lösungen recht komplizierte Spinnbäder angewendet werden müssen. Für die Herstellung der als Luxusartikel anzusprechenden Kunstseide spielte allerdings der Kostenpunkt bisher keine ausschlaggebende Rolle.

Bei der erstrebten Herstellung eines wolleartigen Gespinnstes, welches infolge des Mangels an Wolle und Baumwolle eine Forderung der Zeit geworden ist, gingen die Erfinder von der Voraussetzung aus, daß die bisher geübte weitgehende Hydratisierung der Zellulose unerwünscht ist, da es nur auf die Festigkeit der Faser, nicht aber auf die Erzielung von Hochglanz ankommt, wenn das Erzeugnis als Ersatz für die fehlenden Naturfasern dienen soll. Die praktisch durchgeführten Versuche ergaben dann ein geeignetes Mindestmaß für die Hydratisierung der Zellulose, bei welcher diese nach Umwandlung in das Xanthogenat sich noch restlos auflöst.

Die Neuheit des Verfahrens besteht in der Erzielung eines festen, weichen und wolleartigen Gespinnstes, welches als Ersatz für Wolle, Baumwolle und Schappe dienen kann, dadurch, daß man bei Verwendung von Viskoselösung die für die Lösung verwandte Zellulose vor der Behandlung mit Schwefelkohlenstoff und der Auflösung einer derartig geringen Hydratisierung mittels Ätzalkalien unterwirft, daß die Fäden keinen Hochglanz wie den der Kunstseide annehmen. Gegenüber dieser ergibt sich der weitere wirtschaftliche Vorteil, daß das neue Erzeugnis in einem Tage hergestellt und versponnen werden kann, während bei dem Kunstseideverfahren ungefähr 9 Tage erforderlich sind. Auch können die einfachsten und billigsten Spinnbäder verwandt werden. Die nach dem neuen Verfahren gewonnene Lösung zeichnet sich vor den üblichen Kunstseideviskoselösungen durch geringere Kolloidalität und entsprechend höhere Viskosität aus, welche letztere etwa dreimal so hoch ist, und zwar unter Zugrundelegung eines Zellstoffgehalts von nur 5%, der beim Spinnen nicht überschritten werden darf, um ein genügend feines Gespinnst zu erzielen. Die neue Spinnmasse, die die Zellulose in einer nur schwach hydratisierten Form in Lösung hält, läßt sich im Gegensatz zu den bekannten Viskoselösungen sofort nach ihrer Herstellung verspinnen und gibt ein außerordentlich festes und weiches Gespinnst von mattem, wollartigem Glanz. Das beruht auf dem besonderen Zustand dieser Lösungen. Die Koagulation der aus den hochviskosen Lösungen gesponnenen Fäden verläuft viel langsamer, so daß zu diesem Zweck aus verdünnten Mineralsäuren bestehende Spinnbäder benutzt werden können, ohne daß sich die sonst eintretende Zerstörung des abgeschiedenen Zellulosehydrats zeigt. Die Verbindung des Xanthogenats mit dem Zellulosemolekül ist infolge der geringeren Hydratisierung des letzteren voraussichtlich in der Lösung von vornherein loser, und die Lösungsreagenzien können infolge der geringeren Kolloidalität der gelösten Zellulose und des dadurch bedingten höheren Diffusionsvermögens des koagulierenden Fadens leichter aus ihm her austreten, bevor er gänzlich erstarrt.

Es werden z. B. 100 kg Zellulose mit etwa 18% iger Natronlauge getränkt und soweit abgeschleudert, daß nur noch 2 Gewt. Lauge auf 1 Gewt. Zellulose kommen. Man läßt die Zellulose nur noch etwa 12 Stunden unter der hydratisierenden Wirkung des Alkalis, um sie hierauf mit 70 kg Schwefelkohlenstoff zu behandeln und in etwa 1600 kg 3% iger Natronlauge aufzulösen. Die erhaltene Spinnmasse

kann sofort in einem 12- bis 15% igen Schwefelsäurebad versponnen werden, wobei den Fäden ein möglichst langer Weg durch das Bad gegeben wird.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung eines wolleartigen Gespinnstes aus Viskoselösungen, darin bestehend, daß die verwendete Zellulose vor der Einwirkung des Schwefelkohlenstoffs und der Auflösung einer nur so weit gehenden Hydratisierung mittels Ätzalkalien unterworfen wird, daß sich das hydratisierte Produkt nach Umwandlung in das Xanthogenat noch restlos auflöst, worauf ohne Reifenlassen sofort in Mineralsäuren versponnen wird.

Das brit. P. erwähnt noch den Zusatz einer geringen Menge Zucker oder eines anderen Kohlenhydrats oder eines mehrwertigen Alkohols zu der Alkalilauge zur Behandlung der Zellulose oder zum Lösen des Xanthogenats.

Nach dem

1225. Zusatzpatent 402 405 Kl. 29 b vom 28. III. 1918; brit. P. 152 349; österr. P. 98 833

wird die anzuwendende unvollkommen hydratisierte Alkalizellulose, die in Viskose übergeführt werden soll, dadurch hergestellt, daß man die Zellulose wenige Stunden in Ätzalkalilauge taucht und nachher nicht reifen läßt. Unmittelbar nach dem Abpressen der überschüssigen Lauge wird also mit Schwefelkohlenstoff behandelt. Hierdurch wird ein wolligerer und festerer Spinnstoff erhalten. Die Beschaffenheit des Spinnstoffes wird ferner dadurch verbessert, daß man die Schwefelkohlenstoffmenge herabsetzt und den Zellulosegehalt der Spinnlösung erhöht. Die Herstellung der Alkalizellulose erfolgt bei normaler Temperatur, bei der weiteren Verarbeitung wird eine etwas niedrigere Temperatur innegehalten. Die Viskoselösung wird in ungereiftem Zustand versponnen.

Der Anspruch des D.R.P. lautet:

Abänderung des durch Patent 389 394 geschützten Verfahrens zur Herstellung eines wolleartigen Gespinnstes aus Viskoselösungen, dadurch gekennzeichnet, daß die Zellulose vor dem Behandeln mit Schwefelkohlenstoff und dem Auflösen nur einige Stunden in Natronlauge getaucht und die weitere, sonst durch zeitliche Einwirkung der in ihr enthaltenen Restlauge hervorgerufene Hydratisierung ganz in Fortfall kommt.

Weiter wird in dem

1226. Zusatzpatent 403 845 vom 7. IV. 1919; brit. P. 152 350; niederl. P. 8739; österr. P. 98 833

die Zellulose nach dem Tauchen in die Ätzalkalilauge und vor der Behandlung mit Schwefelkohlenstoff mit oder ohne vorheriges Reifen so weit abgepreßt, daß sie nicht mehr als 2 Gewichtsteile Lauge auf 1 Gewichtsteil Zellulose enthält. Durch die Verwendung dieser beschränkten Menge Alkali wird Lösung der Viskose während der Behandlung mit Schwefelkohlenstoff vermieden. Die Temperatur der Alkalizellulose soll 20° C nicht übersteigen.

Das D.R.P. hat folgende Ansprüche:

1. Vervollkommnung des durch Patent 389 394 geschützten Verfahrens zur Herstellung eines wolleartigen Gespinnstes aus Viskoselösungen, darin bestehend, daß der Gehalt der Alkalizellulose an Wasser und Ätznatron zusammen nur das doppelte Gewicht der Zellulose oder weniger beträgt.

2. Vervollkommnung des durch Patent 389 394 geschützten Verfahrens, darin bestehend, daß die frisch bereitete Alkalizellulose vor ihrer Behandlung mit Schwefelkohlenstoff keinen Temperaturen über 20° C ausgesetzt wird.

Und endlich werden in dem

1227. Zusatzpatent 405 002 Kl. 29b vom 16. VIII. 1918; brit. P. 152 351 vom 13. XI. 1919 (Prior. 15. VIII. 1918)

reduzierende Stoffe, wie Zucker, zur Verhütung von Oxydation der aus unvollkommen hydratisierter Zellulose bereiteten Viskose zugesetzt. Die reduzierenden Stoffe können dem Ätzalkalibade zugesetzt werden, in welches die Zellulose zuerst getaucht wird, es genügt auch, die reduzierenden Stoffe zu verwenden, die sich in dem Bade nach wiederholtem Gebrauch gebildet haben. Die behandelte Lösung wird ungeeignet versponnen.

Der Anspruch des D.R.P. 405 002 lautet:

Abänderung des durch Patent 389 394 geschützten Verfahrens zur Herstellung eines wolleartigen Gespinnstes aus Viskoselösungen, darin bestehend, daß bei der Herstellung der Viskoselösungen reduzierende Körper, wie Kohlenhydrate oder mehrwertige Alkohole, verwendet werden.

Nach dem

1228. franz. Zusatzpatent 26 297/518 410 vom 25. IV. 1922 (Prior. Deutschl. 10. VI. 1921); schweiz. P. 100 143; brit. P. 181 330

wird die Viskose in dem Zustand der Reife verwendet, der sich infolge des Lösens, Filtrierens, Entlüftens usw. notwendig ergibt, und die genannten Prozesse werden bei möglichst niedriger Temperatur, 0–10° C, vorgenommen.

Nach Freise.

1229. H. Freise, Bochum. Verfahren zur Herstellung wollähnlicher Spinnfasern durch Zerschneiden von Filmstreifen.

D.R.P. 318 741 Kl. 29a vom 13. XII. 1918 (gelöscht).

Nach bekannten Verfahren werden Filmstreifen mit ebenen glatten Flächen zwecks nachherigen Verspinnens zerschnitten, so daß glatte, schlichte Fasern entstehen, die an und für sich wenig elastisch sind. Die aus solchen Fasern angefertigten Gespinste und Gewebe haben daher neben der geringen Festigkeit auch noch eine geringe Elastizität und mithin geringe Haltbarkeit.

Dieser Nachteil wird nach der Erfindung dadurch beseitigt, daß die Filmstreifen in der Längsrichtung mit kleinen Wellen versehen werden, so daß man durch das Zerschneiden wie Wolle gekräuselte, federnde Fasern erhält. Gegenüber den aus Filmstreifen hergestellten

glatten Fasern sind die gekräuselten und daher wollähnlichen Fasern und die Gespinnste und Gewebe daraus infolge der Kräuselung der Fasern sehr elastisch dehnbar und daher sehr haltbar und ferner geschmeidig und locker.

Es ist zwar bekannt, gekräuselte Kunstfasern herzustellen. Nach den älteren Verfahren werden aber durch feine Düsen ausgepreßte Fäden gewellt. Das ist schwierig und umständlich, auch zerreißen die Fäden dabei leicht. Die Filmstreifen sind dagegen ohne Schwierigkeit zu wellen und besitzen wegen ihrer großen Fläche hinreichenden Widerstand.

Die Filmstreifen werden aus beliebigen geeigneten Stoffen und in beliebiger geeigneter Weise hergestellt. Nach der Erfindung werden die Filmstreifen nun, am zweckmäßigsten vor ihrer völligen Erhärtung, durch geeignete Mittel, z. B. Rillenwalzen, in der Längsrichtung mit Wellen versehen, die mit denen der Wollhaare übereinstimmen. Die Filmstreifen sind so breit, wie die Wollhaare lang sind. Nach dem Wellen werden die Filmstreifen auf einer Unterlage oder zwischen dieser und einer andrückbaren Auflage langsam vorbewegt. Die Unter- und Auflage ist derart gewellt, daß die Wellen dicht schließend in die der Filmstreifen fassen. Am Ende dieser Führungen werden die Filmstreifen durch Messer oder Scheren in an und für sich bekannter Weise nach und nach in ganz schmale Querstreifen zerlegt und so in feine Fasern zerschnitten. Die Länge der Fasern wird durch die jeweilige Breite der Filmstreifen bestimmt. Die gewellten Führungen bewirken, daß beim Zerschneiden der Filmstreifen deren Wellen erhalten bleiben, so daß wie Wolle gekräuselte Fasern entstehen.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung wollähnlicher Spinnfasern durch Zerschneiden von Filmstreifen, dadurch gekennzeichnet, daß die Filmstreifen in einer dem Stapel entsprechenden Breite mit in der Längsrichtung verlaufenden Wellen versehen werden, die der Kräuselung der Wollhaare entsprechen, und alsdann auf einer der Wellenform entsprechenden Unterlage in ihrer Längsrichtung gegen das Messer, welches sie zu Fasern zerschneidet, bewegt werden.

Nach British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd., Dreyfus, Briggs und Clothworthy.

1230. British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd. und H. Dreyfus, Westminster, J. F. Briggs und H. R. S. Clothworthy, Spondon. Kunstseidenprodukte, welche die Effekte von Wolle, Haar oder anderen tierischen Fasern zeigen.

Brit. P. 165 164 vom 17. III. 1920; Ver. St. Amer. P. 1 554 801; franz. P. 531 523.

Kunstfäden aus Zelluloseacetat werden dadurch woll-, haar- oder fellartig gemacht, daß man sie kräuselt und mehr oder weniger ihren Glanz wegnimmt. Man erreicht das dadurch, daß man die Fäden mit kochendem Wasser oder Dampf behandelt oder mit Lösungen von Sulfo cyaniden oder Essigsäure und ohne Spannung in Strangform oder nach dem Zerschneiden und Verspinnen zu Schappe trocknet. Z. B.

werden Acetatfäden in der Kälte 2 oder 3 Stunden mit einer 25%igen Lösung von Ammoniumsulfocyanid behandelt, abgepreßt und getrocknet. Die Fäden kräuseln sich und verlieren ihren Glanz um so mehr, je länger die Behandlung dauert. Mit einer 30%igen Ammoniumsulfocyanidlösung wird vollständiger Verlust des Glanzes erzielt.

Vgl. hierzu brit. P. 158 340.

Nach Schülke.

1231. E. Schülke, Hannover. Künstliche wollartige Garne.

D.R.P. 342 223 Kl. 29a vom 1. VIII. 1920 (gelöscht); brit. P. 167 458; norweg. P. 35 320; österr. P. 89 708; franz. P. 536 284.

Kunstfäden werden in ein Fällbad gespritzt, schwach gezwirnt und getrocknet, und das getrocknete Fadenbündel wird durch ein System von Walzen mit rauher Oberfläche geführt, wodurch die Fäden gestreckt, in den Außenschichten zerrissen und gekardet werden. Das gekardete Gut wird schließlich zu Garn verzwirnt; es eignet sich für Stoffe, für Effektfäden und zum Bekleiden elektrischer Drähte.

Nach Plausons Forschungsinstitut.

1232. Plausons Forschungsinstitut G. m. b. H., Hamburg. Verfahren zur Herstellung von Kunstwolle aus Zellulose.

D.R.P. 393 803 Kl. 29b vom 15. I. 1922.

Es wurde gefunden, daß man aus Baumwolle oder einer anderen zelluloseartigen Faser eine Art Kunstwolle herstellen kann, wenn man sie mit einem Gemisch von dampfförmigem Essigsäureanhydrid und Schwefeltrioxyd oder Salzsäuregas bei einer unterhalb 80° liegenden Temperatur behandelt. Dadurch wird die Oberfläche der Faser je nach der Einwirkungsdauer mehr oder weniger tief acetyliert, ohne daß die faserige Struktur verändert wird. Im Anschluß an die Acetylierung leitet man Wasserdampf bei möglichst niedriger Temperatur durch das erhaltene Produkt, gegebenenfalls unter Zusatz geringer Mengen Ammoniak, und zwar so lange, bis keine Säure mehr nachgewiesen werden kann. Bei Stapelfasern wird man zweckmäßig ein Gemisch von Essigsäureanhydrid Dampf, Salzsäuregas und Schwefeltrioxyd anwenden; das Schwefelsäureanhydrid kann auch durch gasförmige schweflige Säure ersetzt werden. Bei reinem Zellstoff oder Watte genügt eine Mischung von Essigsäureanhydrid und Schwefeltrioxyd oder von Essigsäureanhydrid und trockenem Salzsäuregas und eine Einwirkungsdauer von $\frac{1}{2}$ –2 Stunden. Zweckmäßig ist es, dem Dampfgemisch noch ein Lösungsmittel für die gebildeten Azetylierungsprodukte beizufügen, z. B. einen Chlorkohlenwasserstoff, ein Chlorhydrin oder Aceton usw. Dadurch wird erreicht, daß die Acetylierung rascher vor sich geht und tiefer in die Faser eindringt.

Die Ausführung in der Praxis geschieht am besten in der Weise, daß die Zellulose in einem säurebeständigen Gefäß auf netzartigen Horden in mehreren Lagen übereinander ausgebreitet und das Dampfgemisch von oben nach unten oder umgekehrt bei möglichst niedriger Temperatur

durchgesaugt oder durchgedrückt wird. Ist die Zellulose dann im Verlauf von einer Stunde oder mehr bis zu einer genügenden Tiefe acetyliert, so wird sie, wie oben beschrieben, mit Wasserdampf nachbehandelt. Ihr Aussehen ist dem der echten Wolle ähnlich geworden, und man kann sie entweder unvermischt oder unter Zusatz von Wolle oder anderen Faserstoffen verspinnen. In ähnlicher Weise läßt sich auch Torffaser, gegebenenfalls nach dem Bleichen, veredeln.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von Kunstwolle aus Zellulose, dadurch gekennzeichnet, daß man die Zellulose oder die zelluloseartigen Produkte mit einem Gemisch von Essigsäureanhydrid-dampf mit Salzsäuregas oder Schwefeltrioxyd oder schwefliger Säure bei Temperaturen unter 80°, gegebenenfalls unter Zusatz von Lösungsmitteln in Dampfform für die gebildeten Acetylierungsprodukte, bearbeitet, worauf die Fasern sofort mit Wasserdampf, gegebenenfalls im Gemisch mit Ammoniak, so lange nachbehandelt werden, bis das Erzeugnis säurefrei ist.

k) Die Stapelfaser und ihre Herstellung.

Unter Stapelfaser versteht man eine auf künstlichem Wege aus Zelluloselösung gefällte Faser, die nicht wie die Kunstseide in unendlicher, sondern in begrenzter Länge hergestellt wird. Man legt bei ihrer Herstellung nicht so großen Wert auf Glanz wie bei Kunstseide, begnügt sich mit einem wollartigen milden Glanz oder auch mit dem Aussehen der Baumwolle. Ausgangsmaterial bildet jetzt wohl hauptsächlich die Viskose. Für die Herstellung der Stapelfaser kommen nachfolgende Patente in Betracht.

Nach Girard.

1233. P. Girard, Lyon, Frankr. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung einer Fadenmasse aus künstlicher Seide.

D.R.P. 266 140 Kl. 29a vom 21. II. 1912; franz. P. 438 131 mit Zus. 15 399; brit. P. 5386¹⁹¹²; belg. P. 243 409 (auch Sonnery); Ver. St. Amer. P. 1 164 084; schweiz. P. 59 118 (auch J. Sonnery).

Es ist bekannt, Abfälle von künstlicher Seide nach Art der Schappespinnerei zu behandeln und gleichfalls künstliche, unmittelbar im wirren, ungeordneten Zustande gewonnene Fäden nach den erforderlichen Vorarbeiten zu verspinnen. Diese Verfahren leiden an dem Übelstand, daß das Ausgangsprodukt zur Herstellung der künstlichen Fäden aus Fasern ungleicher Länge besteht, die sich in ungeordneter Lage zueinander befinden. Die Fasermasse muß daher zuerst gekämmt werden, um die Fasern in eine parallele Lage zueinander zu bringen, worauf sie ihrer verschiedenen Länge nach sortiert werden müssen, bevor ihre Verspinnung beginnen kann. Ein anderer Übelstand dieser Fadenbildung besteht darin, daß die gewonnenen Fäden nicht fein genug sind und damit nicht die genügende Deckfähigkeit besitzen, um z. B. Samt herzustellen, und zwar aus dem Grunde, weil man bis jetzt stets

bestrebt war, lange Fäden zu gewinnen, die gezwirnt werden. Da der künstliche Faden nun sehr brüchig ist, muß der Einzelfaden eine verhältnismäßig bedeutende Stärke besitzen, um diese Behandlung auszuhalten, und unter einer Stärke von 6—7 Deniers können Einzelfäden zu diesem Zwecke nicht hergestellt werden, im Vergleich zu den 1—3 Deniers der natürlichen Seide besserer Beschaffenheit. Infolgedessen sind auch die Abfallfäden nicht feiner. Des weiteren bringt das Kämmen und Sortieren viele Abfälle mit sich, und zu feine Fäden zerreißen hierbei.

Gemäß der vorliegenden Erfindung sollen diese Übelstände vermieden und künstliche Fäden hergestellt werden, die an Feinheit denen aus guter natürlicher Seide nicht nachstehen, und zwar ohne daß vor dem Verspinnen ein Kämmen oder Sortieren erforderlich wäre. Zu diesem Zweck werden, wie üblich, mittels der im Erstarrungsbad an-

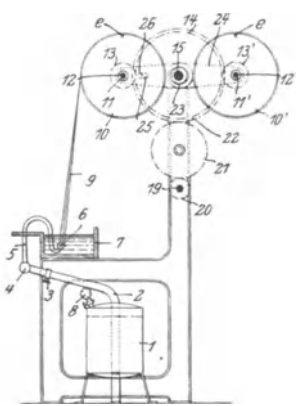


Fig. 613.

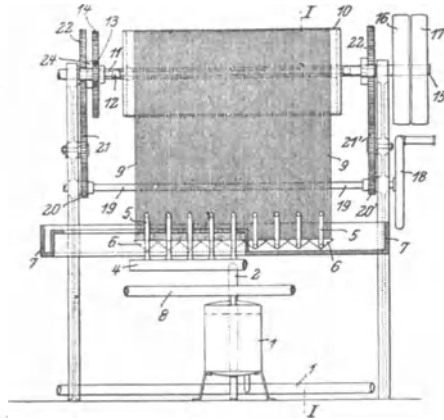
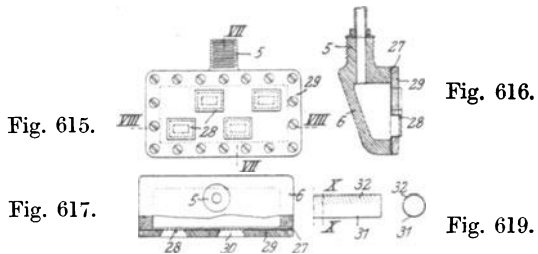


Fig. 614.

geordneten Spritzdüsen mit zahlreichen Düsenöffnungen feine Fäden gebildet, die in parallelen Schichten von parallelen Fäden auf Spulen oder Haspel aufgewickelt und nach ihrer Aufwicklung ein- oder mehrfach parallel zur Spulenachse durchgeschnitten werden, um eine oder mehrere aus parallelen Fäden gleicher Länge gebildete Fadenmassen zu erzielen. Der Kern der Erfindung liegt somit darin, daß, anstatt wie üblich, die gewonnenen langen Einzelfäden unmittelbar zu verarbeiten, diese in Fadenmassen von parallelen Einzelfäden gleicher Länge zerschnitten und nach Art der Schappespinnerei ohne die üblichen Vorarbeiten versponnen werden. Es genügt, die gewonnenen Fadenmassen auf die Anlegemaschine zu bringen und die Fadenstücke übereinander zu schuppen, um sie in Bänder umwandeln zu können, die sich unmittelbar verspinnen lassen. Das Verfahren gemäß der Erfindung befindet sich also im vollständigen Gegensatz zu den bekannten Verfahren zum Verarbeiten künstlicher Seidenfäden, bei denen man die Schappespinnerei nur als Notbehelf benutzt, um die bedeutenden Abfälle nutzbar zu verwenden.

Auf den Zeichnungen ist beispielsweise eine Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß der Erfindung veranschaulicht, und zwar zeigt Fig. 613 eine Schnittansicht der Gesamteinrichtung nach der Linie *I—I* der Fig. 614, die ihrerseits eine Vorderansicht einer Einzelgruppe von Arbeitsteilen zur Durchführung des Verfahrens gemäß der Erfindung veranschaulicht, wobei die Gesamteinrichtung eine Reihe solcher Einzelgruppen umfassen kann. Fig. 615 zeigt die Einzelheiten einer Spritzdüse in Vorderansicht, und die Fig. 616 und 617 veranschaulichen zwei Abänderungen dieser Spritzdüse im Schnitt nach den Linien *VII—VII* und *VIII—VIII* der Fig. 615. Fig. 618 zeigt eine Ansicht einer rohrförmig ausgebildeten Spritzdüse und Fig. 619 einen Querschnitt nach der Linie *X—X* der Fig. 618.

Die zur Bildung der künstlichen Einzelfäden dienende Viskose befindet sich in bekannter Weise in einem Behälter 1, dem sie durch ein darunter angeordnetes Rohr zugeführt wird, und der durch ein Rohr 2 mit einem Verteilungsbehälter 4 in Verbindung steht, von wo aus die Viskose durch geeignete Zweigleitungen 5 zu den verschiedenen, in dem Erstarrungsbad angeordneten Spritzdüsen 6 unter Vermittlung einer



in 8 an den Behälter 1 angeschlossenen Druckluftleitung gedrückt wird. Während die bis jetzt üblichen Mundstücke zur Herstellung künstlicher Seidenfäden höchstens 15—25 Düsenöffnungen aufweisen, weil diese Anzahl von Einzelfäden zur Bildung des fertigen Fadens genügt, ist gemäß der Erfindung im Mundstück eine unverhältnismäßig größere Anzahl (bis zu mehreren Tausend) solcher Düsenöffnungen vorgesehen. Die aus dem Mundstück 6 der Düsenöffnung austretenden Einzelfäden bilden in Vorderansicht (Fig. 614) eine Schicht 9 von Einzelfäden, die auf eine Spule oder Haspel 10 aufgewickelt wird, und zwar nicht kreuzweise, wie bis jetzt üblich, sondern derart, daß sämtliche Fäden parallel zueinander aufgewickelt werden. Die Spulen 10, 10' sind paarweise in bekannter Weise derart angeordnet, daß die im Betrieb befindliche Spule 10, nachdem eine genügend starke Fadenschicht auf sie aufgewickelt worden ist, ohne Betriebsunterbrechung durch die Spule 10' ersetzt werden kann. Ist die auf die Spule aufgewickelte Fadenmenge genügend groß, dann wird letztere ein- oder mehrfach parallel zur Spulenachse durchschnitten, um eine oder mehrere aus parallelen Fäden gleicher Länge gebildete Fadenmassen zu erzielen. Zu diesem Zweck sind, wie aus Fig. 613 ersichtlich, die Spulen an ihrem Umfang parallel zu der Spulenachse mit Längsnuten *e* versehen, in die ein Messer zwecks Durchschneidens der aufgewickelten Fadenschicht eingeführt werden kann. In manchen Fällen, z. B. wenn die Fäden vor dem Verspinnen

entschwefelt oder in anderer Weise, z. B. in Wasser, behandelt werden sollen, ist es zweckmäßig, die Fadenmasse nicht auf der Spule oder dem Haspel zu zerschneiden, um die parallele Lage der Fäden nicht zu zerstören. In diesem Falle nimmt man die Fadenmasse ungeteilt von der Spule ab und behandelt die erzielten Strähne wie gewünscht, worauf sie nach dem Trocknen mittels einer Schere od. dgl. zerteilt werden. Wird die Fadenmasse auf der Spule zerschnitten, so kann man die einzelnen, abgetrennten Schichten einfach auf den Boden oder in einen Sammelbehälter fallen lassen, da die Einzelfäden genügend fest aufeinanderhaften, um hierdurch ihre parallele Lage nicht zu zerstören.

In den Fig. 615—619 sind die Einzelheiten des Mundstücks 6 der Spritzdüse veranschaulicht. Das Mundstück nach den Fig. 615—617 ist an einer offenen Seite mit einer Abdichtung 27 versehen, gegen die sich das mit den Düsenöffnungen versehene Düsenblättchen 28 anlegt, welches durch einen aufgeschraubten Deckel 29 fest in Stellung gehalten wird. In diesem Deckel sind Öffnungen 30 vorgesehen, um die durchlochenden Teile des Düsenblättchens freizulegen. Da diese freien Teile wegen der geringen Stärke des Düsenblättchens gewisse Abmessungen nicht überschreiten dürfen, werden sie einander gegenüber versetzt angeordnet, derart, daß die auf die Spule aufgewickelte Fadenmasse überall von gleicher Stärke ist. Bei der Ausführung nach Fig. 616 springen die durchlochenden Teile der Düsenblättchen 28 gegenüber dem Deckel 29 vor, um ein bequemes Reinigen der Düsenöffnungen zu ermöglichen und einen freien Austritt für die Fäden zu erhalten. Bei der Ausführungsform nach der Fig. 617 hingegen sind die Ränder der Öffnungen 30 zu diesem Zweck abgeschrägt, während das Düsenblättchen flach ausgebildet ist. Die Mundstücke können gleichfalls, wie aus den Fig. 618 und 619 ersichtlich, aus einem mit Durchlochungen 32 versehenen Rohr 31 von beliebigem Querschnitt gebildet werden, wobei die Anordnung der Durchlochungen jedoch derart getroffen sein muß, daß die aus den Mundstücken austretende Fadenschicht überall von gleichmäßiger Stärke ist. Auch könnten diese Rohre 31 flüssigkeitsdicht in den Öffnungen 30 des Mundstücks 6 angeordnet werden.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung einer Fadenmasse aus künstlicher Seide, dadurch gekennzeichnet, daß durch mehrere im Erstarrungsbad angeordnete Spritzdüsen mit zahlreichen Düsenöffnungen feine Fäden gebildet werden, die in parallelen Schichten auf Spulen oder Haspel aufgewickelt und nach ihrer Aufwicklung ein- oder mehrfach parallel zur Spulennachse durchschnitten werden, um eine oder mehrere aus parallelen Fadenstücken gleicher Länge gebildete Fadenmassen zu erzielen.

2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Spulen oder Haspel an ihrem Umfang Längsnuten aufweisen, an denen entlang die aufgewickelte Fadenmasse durchschnitten wird.

3. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Düsenblättchen im Mundstück gegen-

einander versetzt angeordnet sind, derart, daß die auf die Spule aufgewickelte Fadenmasse überall von gleicher Stärke ist.

Sehr ähnlich ist das Verfahren von W. P. Dreaper (Brit. P. 178 151 vom 6. XI. 1920), bei welchem nicht parallel, sondern gekreuzt aufgewickelt wird.

Vgl. auch „Kunststoffe“ 1913, S. 219, Schappe-Imitate, und Leipziger Färber-Ztg. 1913, S. 37.

Nach Vindrier.

1234. P. Vindrier. Verfahren zur Herstellung künstlicher verspinnbarer Textilfasern.

Franz. P. 442 015.

Bisher hat man sich in der Kunstseidenindustrie bemüht, lange Fäden zu erzeugen, die durch Zwirnen miteinander vereinigt wurden und sich der natürlichen Seide möglichst näherten. Auch Kunstseidenabfälle hat man nach Art der Schappen aus Naturseide oder der Bourreteseiden bearbeitet, um daraus Fäden für die Weberei zu gewinnen. Beide Verfahren sind ziemlich kostspielig, da sie beim Zwirnen und beim Kämmen verschiedene Maßnahmen erfordern, z. B. um den Fasern die für die übliche Schappespinnerei notwendige parallele Lage zu geben. Vorliegende Erfindung bezweckt, nichtzusammenhängende Fäden zu erhalten, die so dünn sind, daß sie die gewöhnliche Dicke von Seiden-, Baumwollen- oder anderen Textilfäden nicht überschreiten, und zwar unter solchen Bedingungen, daß diese Fäden, in parallelen Lagen aus einzelnen Fasern angeordnet, schließlich auf kontinuierlichen oder selbsttätigen Spinnmaschinen versponnen werden können und die Operationen vor dem Spinnen möglichst eingeschränkt werden. Um dies zu erreichen, werden die künstlichen Fasern beliebigen Ursprungs beim Herauskommen aus den Spindüsen oder dem Koagulationsbade parallel in mehr oder weniger zahlreichen Gruppen auf Spulen, Trommeln oder Haspel von veränderlichem Umfange, je nach der Länge, die man dann den Fadenlagen geben will, aufgenommen. Dann werden diese künstlichen endlosen Fäden einmal oder mehrmals parallel der Achse des Haspels, auf dem sie aufgewickelt sind, zerschnitten. Die Lagen der so zerschnittenen Fäden bestehen also aus Fäden, die von einem Ende zum anderen denselben Durchmesser haben, der nach Belieben eingestellt werden kann und bestimmt wird durch die Viskosität der Lösung, die Weite der Spinnöffnungen, den beim Spinnen innegehaltenen Druck und den auf die Fäden durch die Abzugswalze ausgeübten Zug. Die Fäden liegen in allen entsprechenden Punkten parallel und können auf den für das Verspinnen von Schappe, Wolle und Baumwolle üblichen Maschinen versponnen werden. Sie können auch mit verschiedenen natürlichen Fasern gemischt werden. Man erhält nach diesem Verfahren künstliche Fäden aus Einzelfäden von einer Feinheit, wie sie bei der Herstellung der künstlichen Seide bisher nicht erhalten werden konnten. Denn die Kunstseidenfäden müssen, um behandelt werden zu können, eine gewisse Widerstands-

fähigkeit haben und können nicht unter 4—5 Deniers hergestellt werden, die Produkte des vorliegenden Verfahrens mit 1—2 Deniers. Diese Feinheit der Fäden ist besonders wertvoll für die Herstellung von Velour, Plüsch usw., die mit Kunstseide von 4 Deniers und darüber nicht möglich ist.

Nach Feßmann.

1235. L. Feßmann, Augsburg. Verfahren zur Herstellung künstlicher Baumwolle auf dem Wege des Kunstseideverfahrens.

D.R.P. 319 079 Kl. 29a vom 5. IX. 1918 (gelöscht).

Die gebräuchlichen Verfahren zur Herstellung von Kunstseidefäden bestehen in der Hauptsache darin, daß Zellulose zunächst in lösliche Form gebracht wird, worauf man diese Lösung durch feine Düsen preßt und den Flüssigkeitsstrahl unmittelbar in die Erstarrungslösung überführt, um das Lösungsmittel zu beseitigen. Um nun einen der Baumwolle ähnlichen Stapel zu erlangen, werden nach den jetzt üblichen Verfahren die auf dem genannten Wege gewonnenen Kunstseidefäden in Stücke von entsprechender Länge (Stapel) geschnitten. Der Umstand, daß die sog. Stapelfaser bis jetzt nicht unmittelbar hergestellt werden konnte, sondern daß zuerst endlose Fäden gesponnen werden mußten, ist von Nachteil für die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens.

Um das Zerschneiden der Kunstseidefäden zu vermeiden, wird bei der vorliegenden Erfindung in der Weise vorgegangen, daß man die Zelluloselösung periodisch aus den Düsen in die Erstarrungsflüssigkeit einspritzt, d. h. man unterbricht den Zulauf der Zelluloselösung in bestimmten Zwischenräumen und erhält auf diese Weise kurze Fadenstückchen, die den Vorzug aufweisen, daß sie infolge der durch das periodische Spritzen bedingten Druckschwankungen zum Verspinnen besonders geeignete spitze Enden aufweisen. Das beschriebene Verfahren läßt sich mit den gebräuchlichen Einrichtungen nach Vornahme geringer Änderungen ohne weiteres ausführen, so daß eine Außerdienststellung vorhandener Einrichtungen nicht erforderlich ist.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung künstlicher Baumwolle auf dem Wege des Kunstseideverfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß man zur Erzeugung von kurzen Faserstückchen (Stapeln) den Spritzvorgang in bestimmten Intervallen unterbricht.

1236. L. Feßmann, Augsburg. Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fasern auf dem Wege des Kunstseideverfahrens.

D.R.P. 319 280 Kl. 29a vom 19. IX. 1918 (gelöscht).

Das Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß der aus den Düsen austretende gespritzte Faden nach Erreichung einer bestimmten Länge unter Verwendung geeigneter Mittel abgerissen wird, so daß sich an den Fadenenden fein verlaufende Spitzen bilden, die das mechanische Verspinnen der Faserstückchen erleichtern. Nach den bisherigen Verfahren, welche zur Herstellung der sog. Stapelfasern Anwendung finden, wird die Faser alsbald nach ihrem Austritt aus der Düse abgeschnitten

oder abgehackt, so daß die Bildung fein verlaufender Spitzen ausgeschlossen ist. Darin liegt ein Nachteil dieser Verfahren.

Zur Durchführung des Verfahrens nach der Erfindung werden nahe den Mündungen der Spritzdüsen auf mechanischem Wege Schlag- oder Reißleisten vorbeigeführt, die das erstarrte Fadengebilde erfassen und es abreißen. Infolge dieses Abreißens werden die einzelnen Fadenstückchen einer Zugbeanspruchung unterworfen, die wiederum zur Folge hat, daß an der Erstarrungsgrenze der Fadenstückchen eine Dehnung und Streckung stattfindet, welche zur Bildung fein verlaufender Spitzen führt, so daß ein der Naturfaser ähnliches Gebilde entsteht. Die Mittel, die zum Abreißen der Fadenstückchen Verwendung finden, können beliebiger Art sein. In Fig. 620 ist ein Beispiel einer Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens dargestellt. Die Vorrichtung besteht aus einem sich drehenden Armkreuz *a*, welches scharfkantig zugespitzte Schlagleisten *b* trägt, die gegenüber der Mündung der Spritzdüse *c* derart angeordnet sind, daß deren vordere Kanten möglichst nahe an den Ausmündungen der Spritzdüsen vorbeigeführt werden. Hat nun der gespritzte Faden *d*

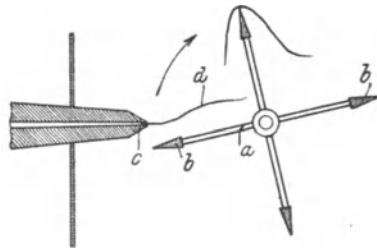


Fig. 620.

eine bestimmte Länge erreicht, so wird er von der Schlagleiste *b* erfaßt und durch diese nahe dem Spritzmundstück abgerissen. Dadurch wird gleichzeitig ein Ausziehen des Fadenendes erzielt. Je nach der Umdrehungsgeschwindigkeit des Armkreuzes können längere oder kürzere Fadenstückchen erhalten werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Herstellung von künstlichen Fasern auf dem Wege des Kunstseideverfahrens, dadurch gekennzeichnet, daß der gespritzte Faden nach Erreichung einer bestimmten Länge von dem Spritzmundstück abgerissen und dabei die Faserenden spitzenförmig ausgezogen werden.

Nach Meyer.

1237. Dr. L. Meyer, Charlottenburg. Verfahren zum Kräuseln von Kunstseidenstapelfaser.

D.R.P. 319 839 Kl. 29b vom 20. XII. 1918 (gelöscht).

Die Kunstseidenstapelfaser, wie sie in den Kunstseidenfabriken hergestellt wird, um dann in Spinnereien nach dem Kammgarn-, Streichgarn-, Baumwoll- oder Ramiespinnverfahren gesponnen zu werden, zeigt den Übelstand, daß sie nicht gekräuselt ist. Es wurde dies als ein Mangel empfunden. Die Faser hat nicht die genügende Adhäsion zu den Kratzen usw. Die Folge davon ist viel Abfall, also ungenügende Ausbeute. Mechanische Mittel, um auf Maschinen die Faser zu Kräuseln, führten nicht zum Erfolg. Es hat sich nun gezeigt, daß man eine genügende Kräuselung dann erzielt, wenn man die Faser rasch und ohne langsamen

Übergang stark erhitzt oder abkühlt. Bringt man z. B. trockene oder feuchte Stapelfaser in kochendes Wasser, so daß sie sich möglichst rasch durchnäßt, so zeigt die Faser nach dem Schleudern und Trocknen leichte Kräuselung. Sie wird erhöht, wenn man in dem Wasser Salze auflöst, z. B. Aluminiumsulfat, Chlorkalzium usw. Wahrscheinlich spielt die durch den Salzzusatz bewirkte Siedepunkterhöhung eine Rolle. Statt Salze kann man auch andere Stoffe in Wasser lösen, die geeignet sind, den Siedepunkt zu erhöhen. Andererseits ist es auch möglich, statt Wasser andere Flüssigkeiten zu wählen, die einen höheren Siedepunkt haben. Statt mit Wasser zu arbeiten, kann man die trockene oder feuchte Stapelfaser in Wasserdampf behandeln, also dämpfen, und die Wirkung ist um so höher, je höher die Temperatur durch Druck oder Überhitzung gesteigert wird. Auch das Einbringen von Stapelfaser in stark erhitzte Räume führt zum Ziel. Die Temperatur richtet sich nach dem Grade der Kräuselung. Am besten nimmt man feuchte Stapelfaser oder sorgt für hohen Feuchtigkeitsgehalt in den geheizten Räumen. Die zur Kräuselung der Stapelfaser notwendige Zusammenziehung kann auch dadurch bewirkt werden, daß man sie möglichst rasch und weitgehend abkühlt. Auch hier kann man mit abgekühlten Lösungen oder in abgekühlten Mitteln, z. B. Luft, arbeiten. Die gekräuselte Faser läßt sich vorteilhaft verspinnen und die Ausbeute beim Spinnen ist höher. Als weitere Wirkung wäre zu betonen, daß die aus gekräuselter Stapelfaser hergestellten Garne und Gewebe besonders offen und locker sind und den Charakter der Wolle zeigen.

Patentanspruch: Verfahren zum Kräuseln von Kunstseidenstapelfaser, dadurch gekennzeichnet, daß man sie unvermittelt stark erhitzt oder abkühlt.

Nach Bemberg.

1238. J. P. Bemberg A.-G., Barmen-Rittershausen. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung künstlicher wollähnlicher Fäden nach dem Streckspinnverfahren.

D.R.P. 345 630 Kl. 29a vom 19. X. 1918 (gelöscht).

Der Zweck des Verfahrens ist, Fäden von wollähnlicher Kräuselung zu erzeugen, die zur sofortigen Weiterbehandlung geeignet sind. Die Fäden werden, nachdem sie die Fällflüssigkeit verlassen haben, nicht mehr gestreckt oder gespannt, auch werden nicht mehrere Einzelfäden zusammengedreht, sondern die Fäden werden so auf eine relativ zur Spinnöse bewegliche Unterlage gelegt, daß sie einen Strahn aus einander parallelen Fäden bilden. Die Strähne werden später in Stücke von beliebiger Länge zerschnitten, um Stapelfaser zu gewinnen. Da die Fäden parallel liegen, können sie weiter behandelt werden, ohne in Verwirrung zu geraten.

In Fig. 621 und 622 ist ein Ausführungsbeispiel einer zur Ausführung des Verfahrens dienenden Vorrichtung dargestellt. Fig. 621 ist ein Aufriß, Fig. 622 ein teilweise geschnittener Grundriß der Vorrichtung. Auf dem Gestell 1 sind an Ständern 2 die Brücken 3 zur Aufnahme der Spinnvorrichtungen 4 geführt. Ihre Auf- und Abbewegung erfolgt durch

eine Welle 5 mit Handrad 6, die mit Zahnrädern in Zahnstangen der Ständer 2 eingreift. Die Spinnvorrichtungen 4 sind durch Schläuche 9 mit dem Lösungsrohr 10, durch Schläuche 11 mit dem Fällflüssigkeitsrohr 12 verbunden. Die Fäden treten gleichzeitig mit der Fällflüssigkeit aus den Fallrohren 13 aus und werden auf einem mit Drahtgewebe od. dgl. bespannten Tisch 14 abgelegt. Der Tisch stützt sich mit Kugeln 15 auf die Querstreben 16 des Gestelles 1 und erhält seine Bewegung von der Antriebswelle 17 aus. Ein Mangelgetriebe erteilt dem Tisch eine hin und her gehende Bewegung in der Längs- und Querrichtung, so daß die die Fallrohre 13 verlassenden Fäden sich in länglichen Schleifen auf ihm ablagern. Die Entfernung zwischen dem Tisch 14 und der Mündung der Fallrohre 13 kann dadurch veränderlich gemacht werden, daß man entweder den Tisch oder die Spinnvorrichtungen beweglich macht.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung künstlicher wollähnlicher Fäden nach dem Streckspinnverfahren, bei dem die Fäden, nachdem sie die Fällflüssigkeit verlassen haben, ohne jegliche Streckung oder Spannung auf einer relativ zur Spindüse beweglichen Unterlage aufgefangen werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden in zueinander paralleler Lage zu einem Strahn zusammengelegt werden.

2. Vorrichtung zur Ausübung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Entfernung zwischen dem Ablegetisch (14) für die Strähne und der Ausflußöffnung der Spinnvorrichtungen (4) veränderlich ist.

Nach Lauffs.

1239. Dr. A. Lauffs, Düsseldorf. Verfahren zur Herstellung wollartiger Kunstfasern, sog. Stapelfaser.

D.R.P. 333 174 Kl. 29a vom 26. XI. 1918.

Das Neue besteht hier darin, daß der sich bildende Faserstrang beim Auftreffen auf die Fördervorrichtung eine geringe Stauchung erfährt. Dadurch wird das glatte Aneinanderlegen der Fäden verhindert, und die Fasern werden in verschiedener Richtung auseinandergedrückt. Der Strang wird also kraus, das erleichtert seine Behandlung mit den bei weiterer Bearbeitung verwendeten Flüssigkeiten. Auch erhält die Faser dadurch wertvollen Wollcharakter.

Fig. 621.

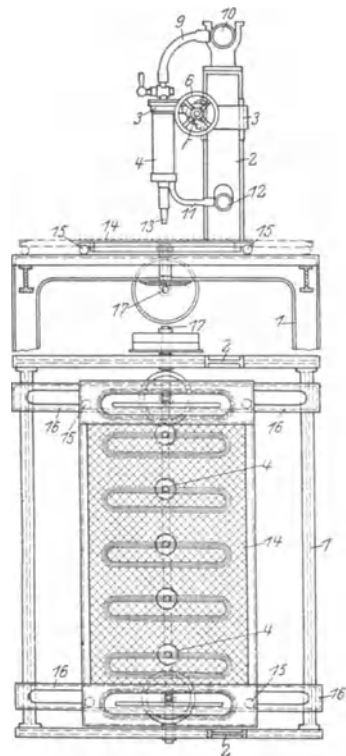


Fig. 622.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung wolleartiger Kunstfasern, sog. Stapelfaser, dadurch gekennzeichnet, daß die in Kunstseidespinnvorrichtungen bekannter Art unter Vermeidung einer besondern Streckung gebildeten Fadenbündel in noch nicht völlig erhärtetem Zustande und mit verringerter Geschwindigkeit von einer fortlaufenden Fördervorrichtung aufgenommen und fortgeführt werden, so daß die Fäden infolge der Geschwindigkeitsänderung zu einem lockeren, lose zusammenhängenden Fadenstrang vereinigt werden, der in diesem Zustand vollends erstarrt und im Anschluß daran in einem fortlaufenden Arbeitsgang abgesäuert, gespült, neutralisiert, gefärbt, geölt, getrocknet und endlich in völlig gleichmäßige Fasern von ganz bestimmter, jeweils gewünschter Länge zerschnitten werden kann.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß den Fadenbündeln noch vor ihrer völligen Erstarrung neben der einfachen Längsbewegung gleichzeitig eine Quer- oder Pilgerschrittbewegung durch die Fördervorrichtung erteilt wird. (3 Zeichnungen.)

Nach Schülke und Sudenburger Maschinenfabrik und Eisengießerei.

1240. Dr. E. Schülke, Hannover. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kunstfäden.

D.R.P. 341 833 Kl. 29a vom 18. V. 1920 (gelöscht); brit. P. 163 312; österr. P. 88 289; norweg. P. 34 532 (Aktiebolaget Cellulosa, Stockholm); schweiz. P. 92 664; franz. P. 529 346.

Das Verfahren beruht darauf, daß das aus der Düse austretende Fadenbündel durch Walzen mit elastischer Oberfläche einer langsam umlaufenden Schleuder zugeführt und diese nach Aufnahme einer ausreichenden Fadenmenge in schnelle Umdrehung versetzt wird. Hierbei erfolgt die Befreiung der angesammelten Fadenmasse von den ihr noch anhaftenden Fällbadteilen. In der zum Trocknen der Kunstseide an sich bekannten Schleuder kann dann auch das Waschen und Nachbehandeln der Fadenmasse vorgenommen werden. Die Vorteile dieses Verfahrens bestehen darin, daß die Walzen einerseits die Abzugsgeschwindigkeit

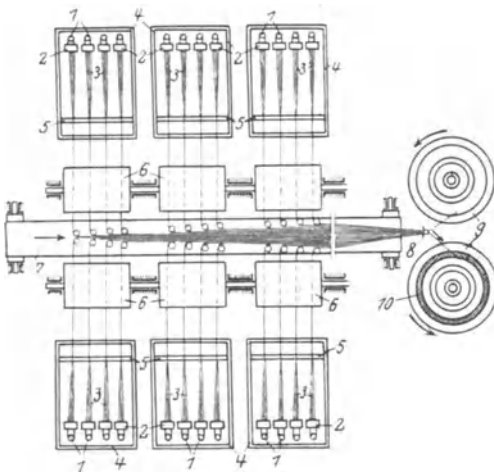


Fig. 623.

der Fadens in sicherer Weise regeln, während sie andererseits in gewünschter Menge einen Teil des vom Fadenbündel mitgerissenen Fällbades nach Maßgabe der Pressung entfernen, die sie auf die zwischen ihnen befindlichen Fäden ausüben. Die Spinnlösung wird in einer Leitung 1 (Fig. 623)

des Fadens in sicherer Weise regeln, während sie andererseits in gewünschter Menge einen Teil des vom Fadenbündel mitgerissenen Fällbades nach Maßgabe der Pressung entfernen, die sie auf die zwischen ihnen befindlichen Fäden ausüben. Die Spinnlösung wird in einer Leitung 1 (Fig. 623)

zu der Spinnpfeife 2 geführt, aus der ein Fadenbündel 3 in das Fällbad 4 austritt. Über einen Führer 5 gelangt das Fadenbündel 3 dann zwischen zwei Walzen 6, aus denen es auf ein in sich geschlossenes Förderband 7 tritt. Von diesem geht das Fadenbündel über einen Leiter 8 in eine Schleuder 9, in der sich die Fadenmasse am Innenmantel als gleichmäßige Schicht 10 ansammelt. Die Umlaufgeschwindigkeit der Schleuder 9 entspricht der Abzugsgeschwindigkeit des Fadens an der Spinnpfeife 2, d. h. der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen, oder sie übersteigt diese zwecks weiterer Streckung des Fadens ein wenig. Ist die erforderliche Fadenmenge in der Schleuder 9 angesammelt, so wird das Fadenbündel 3 abgeschnitten und einer zweiten Schleuder zugeführt. Die mit der Fadenmasse gefüllte Schleuder wird dann in rasche Umdrehung versetzt, wobei sich die Fäden noch dichter an die Wandung der Trommel anlegen und eine gewisse Spannung erhalten, die ihren Glanz und ihre Festigkeit erhöht. Hierbei, also unter dauernder Spannung, werden die Fäden von den ihnen noch anhaftenden Fällbadteilen befreit, gewaschen und mit Lösungen von Chemikalien, wie z. B. Bleichlauge, nachbehandelt. Es ist sogar gelungen, die Fäden in der Schleuder ohne weiteres mittels durchgeblasener warmer Luft zu trocknen. Die feuchte oder trockene fertige Fadenmasse kann dann der Schleuder als Ganzes entnommen oder zur Erzielung beliebig langer Stränge aus der Schleuder heraus, gegebenenfalls unter Durchleiten durch eine Zwirnovorrichtung, auf Weifen gewickelt werden. Beim Herstellen von Kunstfäden als Massenerzeugnis, insbesondere von Stapelfaser, werden zweckmäßig mehrere Fadenbündel nebeneinander und einander gegenüber angeordneter Spinn Düsen auf dem Förderband vereinigt und als gemeinsamer Strang den Schleudern zugeführt. Ferner hat sich als Vorteil erwiesen, die einzelnen Teile der Vorrichtung so miteinander zu kuppeln, daß beim Ändern der Walzengeschwindigkeit die übrigen bewegten Teile, nämlich das Förderband und die Sammelschleuder, ihre Geschwindigkeit entsprechend ändern.

Patentansprüche: Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kunstfäden, insbesondere Stapelfaser aus Zelluloselösungen, 1. dadurch gekennzeichnet, daß die aus dem Fällbade tretenden Fäden durch Walzen mit elastischer Oberfläche in eine langsam umlaufende Schleuder geführt und darin nach genügender Anhäufung unter Erhöhung der Umlaufzahl der Schleuder durch Fliehkraftwirkung vom Fällbade befreit und nachbehandelt werden,

2. dadurch gekennzeichnet, daß die in der Schleuder gewaschenen und gegebenenfalls getrockneten Fäden unmittelbar aus der Schleuder heraus oder nach Durchgang durch eine Zwirnovorrichtung zur Erzielung beliebig langer Fäden auf Weifen gewickelt werden.

1241. Dr. E. Schülke, Hannover. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kunstfäden.

D.R.P. 343 723 Kl. 29a vom 3. X. 1920 (gelöscht), Zus. z. Patent 341 833; franz. P. 529 346.

Es hat sich gezeigt, daß das Verfahren des Hauptpatents (s. vorstehend) unter Ersparnis an Einzelvorrichtungen und Raum verbessert

werden kann; diese Verbesserungen bilden den Gegenstand der Erfindung und bestehen zunächst darin, daß in Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 1 des Hauptpatents die Fadenbündel auf ein gemeinsames Walzenpaar aus beiderseits des Walzenpaares angeordneten Fällbädern geleitet werden. Hierdurch ist man in der Lage, eine gemeinsame Walzenspinnvorrichtung für zwei Reihen einander gegenüber angeordneter Spinn­düsen zu verwenden. Zu diesem Zweck bedarf es einer Abänderung der Vorrichtung, die darin besteht, daß die Walzen des gemeinsamen Paares nebeneinander statt untereinander gelagert sind und das quer zu den Walzen laufende Transportband unter den Walzen angeordnet ist. Die senkrecht zur Spinnrichtung wirkende Zugkraft des Transportbandes bewirkt leicht eine seitliche Verschiebung der einzelnen Fäden auf den Walzen, die sich bis oberhalb der Berührungslinie der Walzen fortpflanzen und einen seitlichen Abzug der Fäden aus den Spinn­düsen hervorrufen kann. Dieser Übelstand wird nach der Erfindung durch Anordnung besonderer Fadenleiter unterhalb der Walzen, zweckmäßig in Form von Stäben, beseitigt.

Bei Inbetriebsetzung der Vorrichtung oder bei der Wiederinbetriebsetzung einzelner ausgewechselter Düsen kommt es leicht vor, daß

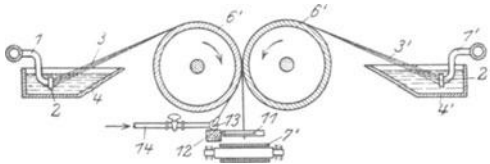


Fig. 624.

einzelne Fäden, durch den Druck der Walzen an diese angepreßt, daran haften bleiben und sich so um sie wickeln, daß eine Störung des Spinnvorgangs eintritt, welche ein Abstellen der ganzen Vorrichtung nötig

macht. Man könnte diesen Übelstand durch Anbringung von Abstreifern beseitigen, jedoch werden durch solche Abstreifer leicht Beschädigungen der Walzenoberfläche und der Fäden herbeigeführt. In besserer und einwandfreierer Weise wird dieser Übelstand nach der Erfindung durch das Entgegenspritzen einer Flüssigkeit, z. B. Wasser oder Fällbad, während des Anspinnens beseitigt. Hierzu bringt man geeignet geformte Spritzdüsen unter den Walzen an, die ihren Flüssigkeitsstrahl in flächiger Form tangential gegen die Walzen spritzen. Hierdurch werden die ankommenden Fadenenden von den Walzenmänteln abgelöst und fallen auf das Transportband herab, welches sie selbsttätig weiterführt. Sobald sämtliche Fäden ordnungsgemäß auf dem Transportband laufen, kann die Spülleitung abgestellt werden.

Eine Ausführungsform des Erfindungsgegenstandes ist in Fig. 624 im Schnitt von der Seite dargestellt. Wie beim Hauptpatent wird die Spinnlösung in einer Leitung 1 zu der Spinnpfeife 2 geführt, aus der ein Fadenbündel 3 in das Fällbad 4 austritt. Die Fällbäder 4 mit den Spinn­düsen sind wie beim Hauptpatent in Reihen nebeneinander aufgestellt. Der einen Reihe gegenüber steht eine zweite Reihe von Fällbädern 4¹, in welchen durch Leitungen 1¹ und Spinn­düsen 2¹ Fadenbündel 3¹ austreten. Zwischen diesen beiden Reihen von Fällbädern sind Walzenpaare

6¹, 6¹ angeordnet, welche aber nicht wie beim Hauptpatent übereinander, sondern nebeneinander angeordnet sind. Auf jede der Walzen eines Paares laufen nebeneinander die Fadenbündel 3 bzw. 3¹ von außen her auf, um an der Berührungsstelle der Walzen miteinander zwischen diesen hindurchzulaufen. Unter den Walzenpaaren 6¹, 6¹ ist ein endloses Transportband 7¹, in der Querrichtung laufend, angeordnet, auf welches die Fadenbündel 3 und 3¹ herabfallen und rechtwinklig zur Seite abgeführt werden. Um den auf die Fadenbündel auf dem Transportband 7¹ ausgeübten Zug auszugleichen und eine seitliche Verschiebung der Fäden auf den Walzen sowie ihr Verwirren zu verhindern, sind senkrecht unter dem Walzenpaar und senkrecht über dem Transportband Fadenleiter einfachster Art angeordnet. Vorzugsweise können hierzu einfache quer über dem Transportband verlaufende Stäbe 11 verwendet werden, die beispielsweise in einem Balken 12 befestigt sind. Um an der Walzenoberfläche anhaftende Fäden beim Beginn der Spinnarbeit oder nach der Auswechslung einer Düse abzulösen, ist unter jeder Walze eine Spritzdüse 13 angebracht, die aus einer Leitung 14 mit irgendeiner Flüssigkeit beschickt wird. Die Düse ist so gerichtet und eingestellt, daß sie einen flächigen Flüssigkeitsstrahl tangential gegen die zugehörige Walzenoberfläche sendet. Wie beim Hauptpatent gibt man beiden oder zum mindesten der einen Walze einen elastischen Belag.

Patentansprüche: 1. Verfahren zur Herstellung von Kunstfäden, besonders Stapelfaser, nach Patent 341 833, dadurch gekennzeichnet, daß die Fadenbündel auf ein gemeinsames Walzenpaar (6¹, 6¹) aus beiderseits des Walzenpaares angeordneten Fällbädern (4, 4¹) geleitet werden.

2. Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Walzen (6¹, 6¹) des gemeinsamen Paares nebeneinander statt untereinander gelagert sind und das quer zu den Walzen laufende Transportband (7¹) unter den Walzen angeordnet ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 2, gekennzeichnet durch unterhalb der Berührungslinie der Walzen (6¹) angeordnete Fadenführer (11), die eine seitliche Verschiebung der Fäden auf den Walzen verhindern.

4. Vorrichtung zum Ablösen der Fäden von den Walzen bei Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch unterhalb der Walzen angeordnete Spritzrohre (13), die einen Flüssigkeitsstrahl tangential gegen die Drehrichtung der Walzen senden.

Nach Sudenburger Maschinenfabrik und Eisengießerei.

1242. Sudenburger Maschinenfabrik u. Eisengießerei A.-G. zu Magdeburg, Magdeburg. Schleuder zur Vorrichtung zum Herstellen von Kunstfäden, insbesondere Stapelfaser, aus Zelluloselösungen.

D.R.P. 381 669 Kl. 29a vom 1. VII. 1922 (gelöscht), Zus. z. Patent 341 833.

Gegenstand der Erfindung ist eine besondere Einrichtung der im Hauptpatent (s. S. 1046) angegebenen Schleuder zum Auffangen der Kunstfäden und zu ihrer Weiterbehandlung. Die besondere Einrich-

Die Schleuder kennzeichnet sich durch die Anordnung eines Einsatzes in die Schleuder, welcher die gleichmäßige Lagerung der zugeführten Fäden gewährleistet, und wobei die Fasern zwischen Einsatz und Lauftrommel angesammelt werden. Dieser Einsatz kann hierbei sehr verschiedenartig gestaltet sein. Der Zweck der Vorrichtung ist der, die bei der geringen Umlaufzahl der Schleuder nur kleine Fliehkraftwirkung dadurch zu unterstützen, daß durch den Einsatz den einlaufenden Fäden dauernd der Weg an die Wandung der Lauftrommel gewiesen wird. Der Einsatz ist so ausgebildet, daß er das Herausnehmen der Fadenmasse aus der gefüllten Zentrifuge ermöglicht.

Bei der Ausführungsform nach Fig. 625 besteht der Einsatz aus einem konzentrisch angeordneten Hohlzylinder, welcher nach erfolgter Füllung der Zentrifuge herausgenommen werden kann. Es bezeichnet 1 das Gehäuse einer Schleuder mit Ablaufstutzen 2 für die abgeschleuderte Flüssigkeit. In dem Gehäuse sitzt die Lauftrommel 3, welche in ihrem Umfange gelocht ist, auf einem Wellenkegel 4. Auf dem Boden der Lauf-

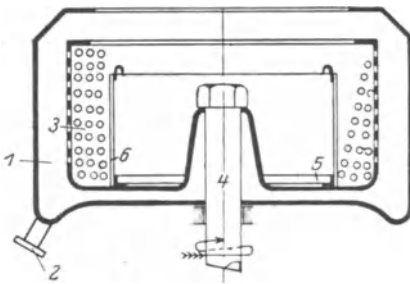


Fig. 625.

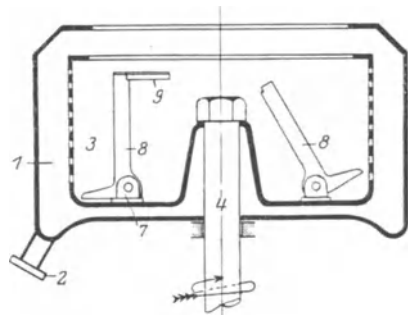


Fig. 626.

trommel 3 befindet sich ein Winkelring 5, welcher mit winkelförmigen Schlitzten versehen ist. Über den Ring 5 greift ein ungelochter Zylindermantel 6, welcher an seinem unteren Rande mit Stiften versehen ist, die in die Schlitzte des Ringes 5 eingreifen, derart, daß ein Bajonettverschluß entsteht. Durch kurze Drehung wird der Zylindermantel 6 vom Ring 5 abgehoben und kann alsdann aus der Lauftrommel 3 entfernt werden, wodurch der Raum zwischen Zylindermantel 6 und der Lauftrommel 3 zugänglich wird, so daß die darin angesammelte Fadenmasse entfernt werden kann. Die Arbeitsweise mit dieser Schleuder gestaltet sich folgendermaßen: Bei eingesetztem Zylindermantel 6 wird bei niedriger Umlaufzahl nach dem Verfahren des Hauptpatentes die Trommel mit Fäden gefüllt, wobei die Fäden gezwungen werden, sich zwischen dem Zylindermantel 6 und der Lauftrommel 3 abzulagern. Alsdann wird die Schleuder auf hohe Umlaufzahl gebracht und die Fäden unter Befreiung vom Fällbade durch Fliehkraftwirkung fest an die Wandung der Lauftrommel 3 gelegt. Bei stillgesetzter Schleuder wird der Zylindermantel 6 unter Lösung des Verschlusses von dem Winkelring 5 abgehoben und aus der Lauftrommel 3 entfernt. Hierauf

wird nach dem Verfahren des Hauptpatentes in bekannter Weise das Fasergut in der Trommel 3 gewaschen und unter Umständen getrocknet.

In Fig. 626 ist in der Lauftrommel 3 ein Kranz von schwenkbaren Armen 8 angeordnet, welche in Zapfen 7 auf dem Boden der Lauftrommel 3 drehbar gelagert sind. 8 ist ein solcher winkelförmiger Arm in aufgerichtetem und umgeklapptem Zustande. Die winkelförmigen Arme 8 können an ihrem oberen Ende noch durch einen abhebbaren Ring 9 in ihrer Lage gehalten werden. Die Arbeitsweise gestaltet sich bei dieser Ausführungsform folgendermaßen: In der Lauftrommel 3 legen sich die eintretenden Fäden um den Kranz der Winkelhebel 8 herum und auf deren unteren Schenkel auf. Hat eine genügende Faseransammlung stattgefunden, so findet die Nachbehandlung des Fasergutes ohne weitere Veränderung der Vorrichtung statt. Soll das Fasergut aus der Lauftrommel 3 entfernt werden, so werden unter Abheben des Ringes 9 die Hebel 8 nach innen zusammengeklappt und hierdurch die auf ihm lagernde Fasermasse abgehoben. Sie kann alsdann mit Leichtigkeit aus der Trommel 3 entfernt werden.

Patentansprüche: 1. Schleuder zur Vorrichtung zum Herstellen von Kunstfäden, insbesondere Stapelfaser, aus Zelluloselösungen nach Patent 341 833, dadurch gekennzeichnet, daß die Lauftrommel (3) der Schleuder einen Einsatz (6, 8) erhält, zwischen welchem und der Lauftrommel (3) sich die Fasern ansammeln, und der die gleichmäßige Lagerung der zugeführten Fäden gewährleistet.

2. Schleuder nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Einsatz in die Lauftrommel aus einem konzentrisch angeordneten Hohlzylinder (6) besteht, der nach erfolgter Füllung der Lauftrommel herausgenommen wird.

3. Schleuder nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch die Anordnung mehrerer um ihren auf dem Boden der Lauftrommel gelagerten Scheitelpunkt drehbarer winkelförmiger Fadenleiter (8).

4. Schleuder nach Anspruch 1 und 3, gekennzeichnet durch die Anordnung eines Halteringes (9) im Innern des Kranzes des Fadenleiters (8).

Nach Küttner.

1243. Fr. Küttner, Kunstseidenspinnerei, Pirna, Elbe. Maschine zur Herstellung von Kunstfäden oder Stapelfasern.

D.R.P. 343 926 Kl. 29a vom 7. III. 1920.

Die Maschinen zur Herstellung von Kunstfäden mit paarweise angeordneten Haspeln waren bisher so eingerichtet, daß die Aufwickelvorrichtung sich innerhalb der Spinnvorrichtung der Maschine befand. Durch diese Anordnung war die Größe der Aufwickelvorrichtung gegeben und begrenzt in ihrer Leistung. Das Neue vorliegender Erfindung besteht darin, daß man die Aufwickelvorrichtung außerhalb der Spinnvorrichtung verlegt und mit ihrer Achse rechtwinklig zur Maschinenlängsachse, wodurch ihre Leistung unbegrenzt vergrößert werden kann. Es entstehen so auch Bedienungsgänge zwischen den Haspelpaaren zum Bedienen der Haspel und der Spinnvorrichtung.

Fig. 627 zeigt in Querschnitt und Aufriß die Anordnung der Maschine. Die Maschine ist bestimmt zur Herstellung von Kunstfasern (insbesondere Stapelfaser u. dgl.) für große Leistungen auf geringer Bodenfläche. Es sollen auf dieser Maschine Titer von 15 000 und mehr gesponnen werden. Da nun der Betrieb ununterbrochen ist und die Erzeugung sehr groß, macht es sich erforderlich, die Aufwickelvorrichtung so anzuordnen, daß die sich ansammelnden großen Mengen dieser Kunstfäden sich bequem und rasch entnehmen und abführen lassen. Die Eigenart

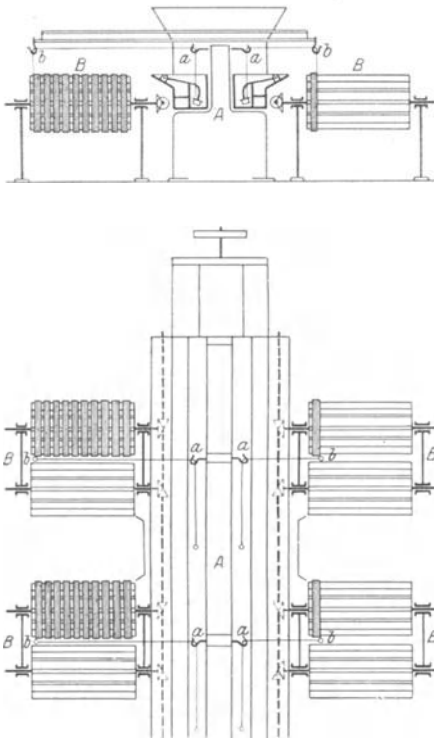


Fig. 627.

der Maschine liegt in der besonderen Anordnung der mit der Maschine fest verbundenen Haspelpaare senkrecht zur Maschinenlängsachse, aber außerhalb der eigentlichen Spinnvorrichtung. Zwischen je zwei Haspelpaaren befindet sich ein Bedienungsgang, einmal für die Spinnvorrichtung, das andere Mal für die Haspel.

Der Arbeitsgang ist folgender: Das aus dem Spinnbade der Spinnvorrichtung austretende Fäden- oder Faserbündel wird über die Fadenführer *a* und *b* geleitet und in unterbrochenen Windungen auf einen der beiden Haspel jedes Haspelpaares *B* aufgewickelt. In jeder Endstellung beim Hin- und Hergang des Fadenführers wird in an sich bekannter Weise während des Betriebes der Faden auf den jeweils leeren Haspel überführt und dort weiter aufgewickelt. Der volle Haspel wird nun zum Stillstand gebracht, geöffnet und die gebildeten Stränge abgezogen

und zum Zwecke der Nachbehandlung abgeführt. Das Überführen des Fadens von einem Haspel zum anderen geschieht je nach Länge der Haspel stündlich, gegebenenfalls mehrere Male. Es sind mithin alle Handlungen schnell und bequem vorzunehmen.

Patentanspruch: Maschine zur Herstellung von Kunstfäden oder Stapelfasern mit paarweise angeordneten Haspeln, dadurch gekennzeichnet, daß die mit der Maschine fest verbundenen Haspel außerhalb der Spinnvorrichtung und die Haspelachsen rechtwinklig zu der Maschinenlängsachse angeordnet sind, so daß zwischen den Haspelpaaren Gänge zum Bedienen der Spinnvorrichtung und der Haspel gebildet sind.

Nach Dreaper.

1244. W. P. Dreaper, London. Verbessertes Verfahren und Einrichtung zur Herstellung künstlicher Seide od. dgl.

Brit. P. 178 481 vom 10. XI. 1920.

Um das Abhaspeln der bei dem üblichen Zentrifugenspinnverfahren erhaltenen Stränge zu vermeiden, wird in eine Zentrifuge von solcher Weite, etwa 15 Zoll Durchmesser, gesponnen, daß nach Unterbinden der fertige Strang der Zentrifuge entnommen werden kann. Wird auf Stapelfaser gearbeitet, so gibt man dem Strang nur eine geringe Zwirnung. Während des Aufwindens des Stranges in der großen Zentrifuge geht die Zentrifuge parallel zur Achse auf und abwärts, um dem Strang eine Art Kreuzwicklung zu geben. Der Führer für den in die Zentrifuge einzuführenden Strang ist unbeweglich und an seinem unteren Ende von einer auf- und abwärtsgehenden Röhre umgeben, die den Faden an die Zentrifuge abgibt. In derselben Höhe mit dem am Spinnbad angebrachten Fadenführer befindet sich ein walzenförmiger Führer, der an einem Ende einen geringeren Durchmesser hat als am anderen und zwischen beiden konisch gestaltet ist. Er ermöglicht, den Faden der Zentrifuge mit verschiedenen Geschwindigkeiten zuzuführen. (3 Zeichnungen.)

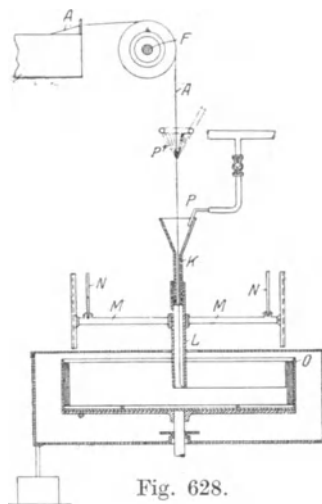
1245. W. P. Dreaper, London. Vorrichtung zur Herstellung von Stapelfaser nach dem Schleuderspinnverfahren.

D.R.P. 385 158 Kl. 29a vom 11. I. 1922.

Die Erfindung bezieht sich auf Vorrichtungen zur Herstellung von Stapelfasern nach dem Schleuderspinnverfahren, bei welchem der Fadenführer auf- und abgehend angeordnet ist, um den Faden während der Umdrehung der Spinnsehleuder parallel der Wandung der Spinnsehleuder hin und her führen zu können. Diese Auf- und Abbewegung des Fadenführers erschwert aber das Einführen des Fadens in das Führungsrohr, zumal die Bewegungen des Fadenführers sehr schnell erfolgen und behindert somit die Ingangsetzung der Vorrichtung.

Diesem Übelstande soll gemäß der Erfindung dadurch abgeholfen werden, daß das Führungsrohr aus zwei Teilen hergestellt wird, von welchen der obere trichterförmige Teil feststehend angeordnet ist, während der untere Teil sich auf- und abbewegen kann. Bei dieser Anordnung kann das Führungsende des Fadens bequem in den feststehenden trichterförmigen Teil des Fadenführers eingeführt werden, unbeschadet der schnellen Auf- und Abbewegung des unteren Teiles.

Der aus dem Fällbad kommende Faden *A* (Fig. 628) geht über das Rad *F* durch den Fadenführer und zur Spinnsehleuder *O*. Der Faden-



führer besteht aus zwei Teilen, dem oberen feststehenden trichterförmigen Führungsrohr *K* und einem unteren Rohr *L*, welches sich auf dem Rohr *K* verschieben kann. Das Rohr *L* sitzt auf einer Stange *M*, die unter Vermittlung von Stangen *N*, *N* auf- und abbewegt werden kann. Zuführung von Flüssigkeit erfolgt durch *P* und *P*¹.

Patentsanspruch: Vorrichtung zur Herstellung von Stapelfaser nach dem Schleuderspinnverfahren mit auf- und abgehendem Fadenführer, dadurch gekennzeichnet, daß der Fadenführer zweiteilig ist und das obere Führungsrohr (*K*) für den Faden feststehend angeordnet ist, während der untere röhrenförmige Teil (*L*) eine Auf- und Abbewegung ausführt.

Vgl. hierzu Ver. St. Amer. P. 1 437 340 und franz. P. 547 582 (s. nachstehend).

1246. W. P. Dreaper. Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Kunstseide oder ähnlichem Stoff.

Franz. P. 547 582 vom 13. I. 1922; Ver. St. Amer. P. 1 437 340.

Das Patent ist bezüglich der Fadenführvorrichtung, durch welche der Faden in den Spinnkopf geführt wird, identisch mit dem D.R.P.

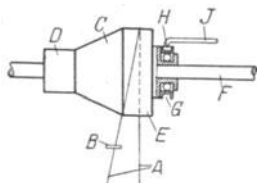


Fig. 629.

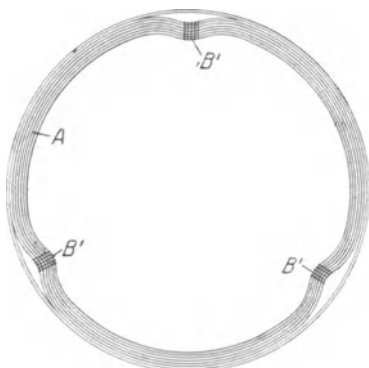


Fig. 630.

385 158 (s. vorstehend). Darüber hinaus wird hier beschrieben, wie der Faden von dem Fällbad über die in ihrem mittleren Teile *C* konisch ausgebildete Fadenführrolle *DCE* (Fig. 629) zum Spinnkopf geführt wird. Die Fadenführrolle ist auf ihrer Achse *F* längs verschiebbar, so daß der Faden je nach Bedarf auf der Zylinderfläche *E*, der konischen Fläche *C* oder der Zylinderfläche *D* aufliegt, wodurch die Abzugsgeschwindigkeit des Fadens verändert werden kann. Der Spinnkopf ist von so großem Durchmesser, daß darin die in Fig. 630 veranschaulichten Strähne angesammelt werden können. An den Stellen *B*¹ ist gezeigt, daß die Fadenschichten quer abgebunden (gefützt) sind, damit die Strähne bei der weiteren Verarbeitung sich nicht verwirren. Um das Fützen zu erleichtern, können an den Stellen *B*¹ vorübergehend Klammern eingelegt werden, bevor die Strähne aus

dem Spinnkopf herausgenommen werden. Nach der weiteren Behandlung können die Strähne zur Bildung von Stapelfaser zerschnitten werden.

1247. W. P. Dreaper. Verfahren zur Herstellung von Kunstseidefaser.

Schweiz. P. 102 241 vom 5. I. 1922.

Aus dem aus dem Fällbad kommenden Fadenbündel wird durch Aufwickeln auf einen Haspel ohne Zwirnung ein Strang gebildet, der

auf dem Haspel gewaschen, unter Streckung, die durch Verlängern mindestens eines Haspelarms erreicht wird, und unter Luftaufblasen getrocknet und schließlich auf die gewünschte Länge zerschnitten wird.

1248. W. P. Dreaper, London. Herstellung künstlicher Fäden u. dgl.

Ver. St. Amer. P. 1 437 341 vom 28. XI. 1922, angem. 16. I. 1922; franz. P. 545 680; schweiz. P. 100 443.

Die Herstellung von Stapelfaser soll dadurch vereinfacht werden, daß die Fäden aus dem Fällbad über eine Führungsrolle unmittelbar auf einem Haspel, der von genügend großem Durchmesser sein muß, zu Strähnen gewickelt werden. Zu diesem Zweck bewegt sich entweder die Führungsrolle oder der Haspel hin und her, so daß das Aufwickeln in geordneter Weise vor sich geht. Die Fadenlagen werden abgebunden (gefitzt), so daß sie sich bei der Weiterbehandlung nicht verwirren. Einige oder alle Haspelarme sind in ihrer Länge verstellbar, so daß ein beliebiges Strecken der Strähne erfolgen kann. Die Strähne können so in gespanntem Zustand getrocknet werden. Vor dem eigentlichen Trocknen kann die überschüssige Flüssigkeit durch schnelle Umdrehung des Haspels ausgeschleudert werden. Zur Beschleunigung des Trocknens wird hierbei ein Luftstrom auf die Strähne geblasen. Die Strähne können auch gewaschen oder in anderer Weise behandelt werden, während sie sich auf dem Haspel befinden. Zu diesem Zweck läßt man den Haspel in das betreffende Bad eintauchen und sich umdrehen. Ist ein gewisser Prozentsatz natürlicher Seide als Zusatz zu der Kunstseide erwünscht, so läßt man einen Faden Naturseide mit auf den Haspel laufen, während die Kunstfädensträhne gewickelt werden. (2 Zeichnungen.)

Nach Voß.

1249. H. Voß, Mannheim-Sandhofen. Verfahren zum Kräuseln künstlicher Fäden.

D.R.P. 363 379 Kl. 29b vom 14. XI. 1920.

Gemäß der Erfindung wird im Spinnbad der Faden nur koaguliert, aber noch nicht oder doch nur in ganz geringem Maße fixiert, so daß also der auf der Aufwickelvorrichtung befindliche Faden noch nicht aus Zellulosehydrat, sondern aus der koagulierten, aber noch unzersetzten Zelluloseverbindung, z. B. Xanthat, besteht. Die Fadenmasse wird alsdann nach ein- oder mehrmaligem Durchschneiden von der Aufwickelvorrichtung abgenommen, dann aber nicht in der bisherigen Weise in mehr oder weniger dichten Lagen weiterbehandelt, sondern derart auseinandergezogen, daß eine ganz lose, lockere Fadenmasse entsteht, in welcher die einzelnen Fäden sich möglichst wenig berühren, so daß sie sich nicht gegenseitig daran hindern, ihre Form beliebig zu verändern. In diesem losen Zustand wird die Fasermasse nun erst fixiert, z. B. durch Einlegen in ein Säurebad. Wird das Gut nun nach dem Fixieren und Auswaschen getrocknet, so erhält man eine Fadenmasse, deren

einzelne Fäden eine hervorragend schöne wollartige Kräuselung besitzen. Jedes beliebige Fällbad kann bei diesem Verfahren verwendet werden. Man kann auch die zum Fixieren dienende Säure erwärmen und dadurch den erforderlichen Prozentgehalt an wirksamer Säure verringern. Der Vorgang ist vielleicht so zu erklären, daß die bei der Zersetzung der Zelluloseverbindungen, also bei der Fixierung, auftretenden Oberflächenschrumpfungen Kräfte auslösen, welche zu den Krümmungen der Fäden Veranlassung geben, daß diese Krümmungen aber nur dann in weitgehendem Maße eintreten und zu einem durchweg gekräuselten Gut führen, wenn bei dem Fixieren die Fäden sich nicht in der Formveränderung behindern.

Patentanspruch: Verfahren zum Kräuseln künstlicher Fäden, dadurch gekennzeichnet, daß die noch nicht oder nur unvollkommen fixierten, auf beliebige Längen geschnittenen Fäden zu einer möglichst losen Fasermasse auseinandergezogen und erst in diesem aufgelockerten, ungespannten Zustand fixiert werden.

1250. H. Voss, Mannheim-Sandhofen. Verfahren zur Kräuselung von künstlichen Fäden.

D.R.P. 388 480 Kl. 29a vom 14. XI. 1920, Zus. z. P. 363 379.

Die Erfindung ist eine weitere Ausbildung des im Patent 363 379 (s. vorstehend) beschriebenen Verfahrens, die dadurch gekennzeichnet

ist, daß die Fäden nach der Fixage aufgewickelt, aufgeschnitten und dann auseinandergezogen werden.

Wenn man die auf der Spule aufgesammelten Fäden gleich auf der Spule oder besser schon vor oder während des Auflaufens fixiert und dann die Spule aufschneidet, das Fließ auseinanderzieht und u. U. vor oder nach dem Waschen im auseinandergezogenen Zustande weiter zerschneidet und dann trocknet, tritt eine Kräuselung der geschnittenen Faser ein, wie sie zur weiteren Verarbeitung begehrt wird. Würde man, wie sonst üblich, den Faden auf den Spulen waschen und trocknen und dann zerschneiden, so hätte man nur glatte ungekräuselte Fäden, die



Fig. 633.

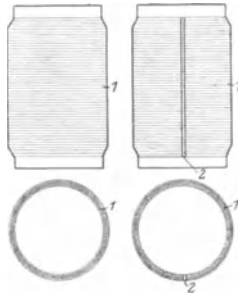


Fig. 631. Fig. 632.

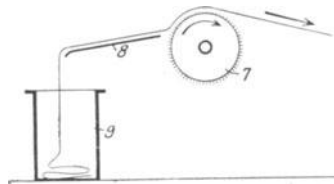


Fig. 634.

sich nicht wie Wolle filzen und darum schwerer verarbeitbar sind. Hier ist also gerade das Trocknen im freien, das Eingehen nicht behindernden Zustand das Wesentliche. — In der Zeichnung ist der Gang der Herstellung näher erläutert:

Fig. 631 ist die mit den Fäden 1 bewickelte Spule, in Fig. 632 sind die Fäden mit einem Messer in Richtung der Linie 2 quer zur Fadenrichtung aufgeschnitten, in Fig. 633 sind die Fäden in Richtung der Linie 2 zu einem Fließ auseinandergezogen. Die Lage der einzelnen Fäden ist durch die Linien 3—3, 4—4, 5—5, 6—6 hervorgehoben. Dieses Ausziehen des Fließes kann entweder mit der Hand geschehen oder maschinell mit einer Vorrichtung, wie sie beispielsweise in Fig. 634 dargestellt ist. Die Fäden werden hierbei in Richtung der Linie 2 auf die umlaufende Bürste 7 gelegt und auf der anderen Seite durch einen Schaber 8 abgestrichen. Die Fäden, die hierbei die Lage wie in Fig. 633 angenommen haben, läßt man dann in einen Korb 9 fallen. Das entstandene Fließ kann dann in der Kammgarnspinnerei ohne weiteres gekämmt und versponnen werden.

Patentanspruch: Verfahren zur Kräuselung von künstlichen Fäden nach Patent 363 379, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden nach der Fixage aufgewickelt, aufgeschnitten und dann zu einem Fließ auseinandergezogen werden.

II. Die Verwendung der künstlichen Seide.

Die künstliche Seide, die sich hinsichtlich ihrer Gleichmäßigkeit und ihres guten Färbevermögens allen natürlichen Fasern ebenbürtig zur Seite stellen kann (E. Herzog, Bericht über den V. Internationalen Kongreß für angewandte Chemie, Berlin 1903, Bd. II, S. 936ff.), findet infolge ihrer wertvollen Eigenschaften weitgehende Verwendung in der Textilindustrie. Hauptsächlich verarbeitet wird sie in der Posamenten- und Besatzartikelbranche zur Herstellung hochglänzender Litzen, Spitzen und Borten für die Damenkonfektion. Hier kommen die vorteilhaften Eigenschaften des Kunstproduktes, auch seine Sperrigkeit, sehr zur Geltung und haben eine gewaltige Steigerung des Verbrauches an Kunstseide zur Folge gehabt. Während solche Besatzartikel nach Herzog (a. a. O.) bis etwa 1902 ausschließlich auf den Flechtmaschinen hergestellt wurden, fabriziert man jetzt auch Bänder auf den Jacquardwebstühlen in großen Mengen mit Kunstseide in Schuß und Kette. Die großen Zentren der Besatzindustrie, das Wuppertal und das sächsische Erzgebirge, verarbeiten fast ausschließlich Kunstseide (Kunststoffe, 1. Jahrg., Nr. 12, S. 236). Aus Kunstseide hergestellte Fransen werden ihrer größeren Steifigkeit wegen denen aus Naturseide vorgezogen. Auch die Stoffindustrie verwendet schon lange Kunstseide zur Herstellung von Dekorationsmöbelstoffen, Vorhängen und Tapeten, die vor den aus realer Seide hergestellten neben dem höheren Effekt den Vorzug haben, sich leichter von anhaftendem Staube reinigen zu lassen (Herzog a. a. O., ferner Österreichs Wollen- und Leinenindustrie 1912, S. 169—170 und 1913, S. 29; über Kunstseide als Kettenmaterial s. ebenda 1917, S. 63—64). Beifällig aufgenommen wurden seidene Taffete, deren Kette aus japanischer Seide und deren Schuß aus Kunstseide bestand. Außer zur Erzielung von Glanzeffekten verwendet man künstliche Seide in der Stoffindustrie viel für Krawattenstoffe, da mit Kunstseide hergestellte Ware billiger oder doch wenigstens nicht teurer ist als mit Naturseide hergestellte und durch den kräftigeren Faden das Gefühl des Stoffes griffiger und kräftiger wird, auch die Haltbarkeit größer ist als bei Artikeln, die unter Verwendung beschwerter Naturseide hergestellt worden sind (s. auch Elsäss. Textilblatt vom 14. VII. 1914). Bei baumwollener Kette ist durch richtige Bindung darauf zu achten, daß die Kunstseideschußfäden sich nicht hin und her schieben (Kunststoffe 1912, S. 398). Ferner verwendet man Kunstseide für halbseidene Futterstoffe und für Kammgarnanzugstoffe, für die Kunstseide ungefärbt benutzt oder auch das fertige Stück gefärbt wird (Leipziger Färber-Ztg. 1908, S. 338). In Krefeld und um Lyon wird Kunstseide verwendet zur Herstellung leichter Stoffe

für den Sommerbedarf. Bei Mousseline de soie besteht die Kette aus Naturseide, der Schuß aus Kunstseide. In manchen Fabriken passiert ein Faden aus Kunstseide und ein Faden aus Naturseide abwechselnd auf zwei verschiedenen Webschiffchen. Solche Stoffe aus natürlicher und künstlicher Seide sollen Feuchtigkeit und Regen ziemlich widerstehen (Leipziger Färber-Ztg. 1907, S. 384), ebenso wie Gemische aus Wolle und Stapelfaser. Zur Verwendung von Kunstseide als Kette wird nach dem brit. P. 10 186¹⁹¹⁰ von Wilkinson und der Bradford Dyers Association Kunstseide mit tierischer Faser, z. B. Wolle, zusammen gesponnen; ein solcher Faden dient als Kette, und nach dem Fertigmachen des Gewebes wird die Wolle durch z. B. Natronlauge entfernt. Für Blusenstoffe findet Kunstseide sowohl im Schuß als auch intermittierende Kette Verwendung; endlich benutzt man künstliche Seide in Plüsch- und Samtgeweben (Österr. Wollen- und Leinenind. 1913, S. 367—368 und Leipziger Monatsschrift für Textilind. 1912, S. 299) und zur Herstellung von künstlichem Astrachan und künstlichem Pelzwerk. Da der Weltverbrauch an Kunstseide in den letzten Jahren den an Naturseide übertraffen hat, kann man wohl sagen, daß sie für alle Zweige der Textilindustrie ein unentbehrlicher Rohstoff geworden ist.

Spitzen werden aus Kunstseide von Hand oder auf der Maschine geklöppelt. Sehr beliebt sind aus Kunstseide geklöppelte Zwischensätze, welche, mit seidenen Bändern oder Streifen seidenen Gewebes vernäht, Stoffe zu Blusen oder Damenkleidern geben. Gegen höhere Temperaturen besonders widerstandsfähige Kunstseide, welche frei von allen Resten von Chemikalien ist, findet in der Fabrikation von Luftspitzen nach dem Trockenätzverfahren Verwendung. Hier sind ätzfeste Zwirne und Cordonnets von Wichtigkeit. Vgl. auch Stadlinger, Kunststoffe 1912, S. 281ff. Gewebe aus Nitrozellulose werden nach dem franz. P. 572 359 von V.-A. Guillet als Untergrund für Stickereien verwendet und nach Fertigstellung der Stickerei durch Ätheralkohol weggelöst.

Von geflochtenen und gewirkten Waren werden aus Kunstseide gewirkte Tülle, Gaze, Schals, Krawatten, Cachenez, Kragenschoner, gewirkte Nackenschützer, Strumpfwaren, Unterkleider und Strickhandschuhe verfertigt.

Auch die Maschinenstickerei hat mit stetig wachsendem Erfolge Kunstseide verwendet; Stickereien aus Kunstseidegarn („Setin“) sollen sich gut waschen lassen.

Nicht denitrierte Kollodiumseide wird zur Herstellung von Filtertüchern, sowie für artilleristische und pyrotechnische Zwecke verwendet. Daß Viskoseseide zur Herstellung von Pulverbehältern für Kartuschen und Patronenhülsen vor der Verwendung von Nitroside für denselben Zweck den Vorteil haben soll, beim Verbrennen keine das Geschützrohr angreifende und den Verschluß beschmutzende Rückstände zu hinterlassen (D.R.P. 304 218 Kl. 72d, gelöscht), kann wohl bezweifelt werden. Nach J. Delpech (franz. P. 561 614 vom 31. I. 1923; brit. P. 229 026) wird undenitrierte Kollodiumseide mit nicht weniger

als 50% tierischer oder pflanzlicher Fasern innig gemischt verwendet. Durch diese Zumischung wird die Entflammbarkeit der Nitroside wesentlich herabgesetzt, während ihre wertvollen Eigenschaften erhalten bleiben. Die Nitroside kann vorher mit einer Lösung hygroskopischer Stoffe getränkt werden, was die Entzündbarkeit herabsetzt und das Verweben erleichtert. Nach dem franz. Zusatzpatent 28 718 vom 29. XII. 1924 wird Kunstseide aus Zelluloid, d. h. Nitrozellulose und Kampfer oder Kampferersatzmitteln, verwendet.

Das durch Verkleben mehrerer Kunstseidefäden erzeugte künstliche Stroh, Seidenstroh oder künstliche Bastband sowie die aus Zelluloselösungen gewonnenen filmartigen Produkte, die in allen Dicken, Kräuselungen und Gaufrierungen auf dem Markte auftauchen, bilden ein geschätztes Material für Flechtarbeiten, Putzmacherei und die Damenhutfabrikation. Hutköpfe für Damenhüte hat man auch durch Zusammennähen bandartiger Geflechte aus Kunstseide oder Litzen aus künstlichem Roßhaar gemacht. Breite Filmbänder hat man nach Art von Seidenbändern moiriert und gefärbt.

Auch für Perücken und Zöpfe findet entsprechend gefärbte Kunstseide Anwendung. Sofern für diesen Zweck der starke Glanz des Kunstproduktes störend ist, kann er durch Behandlung mit einem nicht trocknenden Öl und einem feinen, indifferenten, geschmeidigen Pulver herabgemindert werden (Freericks, D.R.P. 137 461 Kl. 29 b, gelöscht; Ver. St. Amer. P. 729 749).

Über Kunstseide und ihre zweckmäßige Verarbeitung in der Kartonnagen-, Etui-, Lederwaren-, Papierverarbeitungsindustrie und verwandten Berufen machte Rich. Schreiter Mitteilungen (Kunststoffe 1914, S. 336).

Die Drähte elektrischer Leitungen hat man mit künstlicher Seide umspinnen.

Kunstfäden aus Zelluloseacetat, auf deren relative Wasserfestigkeit verschiedentlich hingewiesen worden ist, können für die Herstellung zugfester, dauerhafter, gegen Feuchtigkeit widerstandsfähiger Gewebe, Riemen, Müllergaze, Filterstoffe, Siebe und anderer technischer Artikel in Betracht kommen (Witt, Die künstlichen Seiden, Berlin 1909, S. 15). Nach Welch lassen sich durch Aufschmelzen von Celanese (Acetatseide) ohne Zerstörung der Faser besondere Effekte erzielen, die vielleicht für die Hutindustrie von Interesse sind, oder durch Auflösen in Aceton (Journ. of the Textile Institute, März 1925, S. P 65).

Das unter dem Namen Sirius und Meteor in den Handel gebrachte künstliche Roßhaar findet, in verschiedenen Farben gefärbt, in großen Mengen Verwendung zur Herstellung von Hutzlitzen, Damenhüten und Hutfurnituren. Auch entglänzttes Roßhaar ist im Handel. Aus dem künstlichen Haar werden Gaze, Haarunterlagen und Haargebe hergestellt, man benutzt es ferner für Polsterzwecke und für die Bürstenfabrikation. Mit Viskose überzogenes Baumwollgarn wurde für Wagensitze verwendet (Leipziger Färber-Ztg. 1908, S. 338). Ungleichmäßigkeiten im künstlichen Roßhaar lassen sich nach dem D.R.P. 263 430 Kl. 86c von B. Knittel (gelöscht) beim Weben dadurch

unschädlich machen, daß das Haar nicht von Spulen mittels Schiffchen eingeschossen, sondern auf gleichmäßige Längen geschnitten, mittels bekannter Eintragsvorrichtungen in das Fach eingeschossen wird.

Bei der Verwendung von Kunstseidefäden in elastischen Geweben wird nach dem franz. P. 462 657 von Ch. Faure-Roux die Einwirkung etwa in der Kunstseide noch enthaltener chemischer Mittel auf die Gummifäden dadurch verhindert, daß die Gummifäden mit z. B. Baumwolle umhüllt werden. Eine Vorrichtung zum Umspinnen von Fäden mit künstlicher Seide, bei der der Glanz der Kunstseide nicht leidet, behandelt das franz. P. 471 323 von J. Poizat.

Über die Verwendung von Kunstseide für Menstruationsbinden s. D.R.P. 232 887 Kl. 30 (gelöscht).

Die Herstellung gegossenen Tülls aus Zelluloselösungen ist S. 1018 u. ff. erwähnt. Diese Produkte sind leicht färbbar und lassen sich metallisieren.

Die gleichmäßige Dichte des Kunstseidefadens, die leichte Erreichbarkeit der Aschefreiheit und infolgedessen die Erzeugung eines dichten, festen und reinen Skeletts beim Abbrennen mit Leuchtsalzen imprägnierter, aus Kunstseide gewirkter Glühstrümpfe hat ein weiteres großes Absatzgebiet geschaffen (Kunststoffe 1912, S. 193, und 1913, S. 20 und 260).

Glatte, transparente Filme kommen als Einwickelpapier und als Unterlagen für photographische Filme mehr und mehr in Aufnahme. Die als „Zellophan“ bekannten Produkte haben weiteste Verbreitung gefunden.

Aus Kunstseideabfällen hat man durch Verzwirnen neue („Ideal-Seide“, s. Elsäss. Textil-Blatt v. 28. IV. 1914, S. 723), die Wolle imitierende Garne hergestellt, oder man hat die Abfälle mit Wolle, Baumwolle, Ramie u. dgl. zusammen kardiert, versponnen und zu effektvollen Geweben verarbeitet. Die Gemische mit Wolle können dazu dienen, nach dem Färben Produkte zu liefern, die gefärbte und ungefärbte Fasern enthalten. Ferner werden Kunstseideabfälle gekämmt und zu Bändern verklebt, welche mannigfacher Anwendung fähig sind.

Nach dem brit. P. 29 030 vom 23. XII. 1911 von F. und W. G. Mitchell werden Kunstseideabfälle, wie sie beim Weben und Spinnen erhalten werden, auf der Garnettmaschine bearbeitet, um die Fäden in einzelne Fasern zu zerlegen; dann wird gegebenenfalls gekämmt, durch die Gillbox oder die Vorstrecke genommen, zu einem gleichmäßigen Bande ausgezogen und auf der Flügelspinnmaschine versponnen. Den Garnen wird weicheres Aussehen und Gefühl nachgesagt, als Kunstseide hat. Besondere Effekte werden dadurch erzielt, daß Kunstseideabfälle auf der Garnettmaschine bearbeitet, Naturfasern, wie Mohair, zugesetzt werden und das Ganze zu einem Faden versponnen wird. Abfälle werden auch zur Filzfabrikation verwendet. Aus besonders guten Abfällen (zerrissenen Kunstseidefäden), die noch gefärbt werden können, werden Posamenten, Fransen, Schirmpompons, Knopfüberzüge usw. hergestellt. Die Kehrichtabfälle, die nur geringen Wert haben, werden zur Putzwollfabrikation benutzt. Die Roßhaarersatzabfälle dienen zur

Herstellung von Papier und Matratzen, hauptsächlich aber zu Polsterzwecken entweder allein oder mit echtem Roßhaar versponnen. In geringerem Umfange sollen aus den Roßhaarabfällen nach dem Entstäuben und Kämmen Garne gezwirnt werden, die wie Wollfäden aussehen und in der Teppichfabrikation verwendet werden (Dulitz, Kunststoffe 1911, S. 107—108 und 179).

Die neuerdings erzeugten ganz feinen Fäden werden auch als Ersatz und Streckungsmittel für Schappe empfohlen.

Gewebe aus reiner Stapelfaser besitzen nach Bdm. (Neue Faserstoffe 1919, S. 178) etwa ein Drittel des Gebrauchswertes der Gewebe aus reiner Wolle. Eine Mischung von Wolle und Stapelfaser zu gleichen Teilen gibt ein Garn, bei dem der verminderte Gebrauchswert der Stapelfaser nicht mehr in Erscheinung tritt. Stapelfaser ist ein guter Spinträger für kurze Kunstwollfasern. Mit 10% Stapelfaser und 90% Kunstwollfaser hat man bereits ein brauchbares Kunstwollgarn erzielt; seine Beschaffenheit wird verbessert, wenn statt 10 20% Stapelfaser genommen werden. Falsch ist es, Gewebe aus Wollgarn und Stapelfasergarn herzustellen; die Mischung muß vor dem Spinnen erfolgen. Gemischt mit Wolle wird die Stapelfaser ihre beste und größte Verwendung finden. Sie eignet sich zu den Geweben, in denen Wolle Verwendung findet, besser als zu solchen, in denen Baumwolle verwendet wird. Wenn Stapelfaser auch mit Baumwolle nicht konkurrieren können, wird sie auch in der Baumwollindustrie, wenn auch in bescheidenem Umfange, Verwendung finden. Reine Stapelfasergarne werden in der Baumwollweberei als Effektgarne sicher anwendbar sein, ebenso in der Phantasiestoffweberei. Und in der Seidenstoffindustrie wird Stapelfasergarn an Stelle von Kunstseide Verwendung finden. Auch als Ersatz für Ramie für die Glühstrumpffabrikation ist Stapelfaser geeignet.

Namenverzeichnis.

- A**cmé Artificial Silk Company, The 413, 513.
Acme Woolen-Cotton Mills Company, The 513.
Actien-Gesellschaft für Anilin-Fabrikation 439, 532, 533, 742, 949, 950.
Adolff, E. 890.
Aktiebolaget Cellulosa 1046.
Aktien-Gesellschaft für Maschinenpapierfabrikation 670.
Akt.-Ges. für Zellstoff- und Papierfabrikation 670.
Allen, R. C. 179.
Alsa, Société anonyme 853, 854, 857.
Althouse, C. S. 797.
American Bemberg Corporation 217.
American Cellulose & Chemical Manufacturing Company Ltd. 616, 744.
d'Ans, J. 439.
Aschaffenburg, Gebr. 799.
Atlas Powder Company 173, 408, 696.
Audemars I.
Aurenque, J.-B.-A. 140.
- B**ader, P. 415.
Bader, R. 877.
Badische Anilin- und Soda-Fabrik 621, 696.
Baj, Cl. 1020.
Balthasar, J. 602.
Banigan, Th. F. 635.
Barbelenet, S. 158.
Barbet, E. et Fils et Cie. 163, 164.
Bardy 959.
Basset, H. P. 181, 635.
Bataille, E. und R. 176.
Baumann, C. R. 656, 657.
Bayerische Glühlampen-Fabrik G. m. b. H. 557.
Beadle, Cl. 367.
Beatty, W. A. 621.
Bechtel, E. 226, 297, 331, 332.
Bechtel, Ph. 231.
Beck, F. 637.
Becker, F. 388.
Beltzer, Fr. J. G. 417, 567, 656, 687, 1022.
Bemberg, J. P. Akt.-Ges. 210—224, 269—271, 310, 360, 381, 792, 916, 951, 1044.
Bcrenguér, E. 205.
- Bergé, A. 158.
Bergen, L. A. van 498, 530—531, 965.
Bergier, L. 111.
Berl, E. 38—40, 107, 168, 177, 230, 233, 344, 592, 684.
Berlin-Karlsruher Industrie-Werke Akt.-Ges. 839.
Bernot, V. 177.
Bernstein, A. 51, 123, 392, 704, 726.
Bernstein, H. 204, 267, 349, 653.
Bevan, Ed. J. 367, 371, 378, 385, 483, 667, 687.
Bezold, H. von 832.
Bindschedler, E. 37, 173, 636.
Biroli, M. 495.
Bloch, A. 1024.
Bloch-Pimentel 418.
Boisson, A. 475, 701, 732.
Boistesselin, H. du 656.
Borzykowski, B. 307, 403, 487—489, 783—785, 954, 974, 1008.
Bottler, Ch. 44.
Bouchaud-Praceiq, E. 140.
Boucquey, G. 295, 313.
Bouffe, G. F. J. 625.
Boullier, J.-A.-E. H. 79.
Bouillon, E. 513.
Bouillot, Ch. 80.
Bourbon, J. 1024.
Bourgeois, J. 967.
Boyd, H. A., T. und T. A. 888.
Bradford Dyers Association 1059.
Brandenberger, J. E. 474, 852, 1012.
Brégeat, J. H. 57, 168, 171.
Brégeat Actien-Gesellschaft für Wiedergewinnung flüchtiger Lösungsmittel 168—171.
Brégeat Corporation of America 172.
Breuer, E. 58.
Briggs, J. F. 603, 1035.
British Celanese Ltd. 982.
British Cellulose and Chemical Manufacturing Co. Ltd. 614—616, 982, 1035.
British Cellulose Syndicate Ltd. 265.
Bronnert, E. 45, 117, 183—185, 255, 260, 268, 311, 361—363, 415, 419, 457 bis 473, 575, 684, 954.
Brosse, P. 659.
Brugisser, M. & Cie. 103.
Bucquet, O. 146.

- Budde, C. C. L. G. 423.
 Buffard, Ch.-Fr. 733, 734, 735.
 Burette, A.-J. 391.
 Burill, P. 734, 889.
- C**adore, E. 35, 36.
 Cahen, G. 31, 91.
 Calico Printers Association Ltd. 989.
 Callimachi, M. T. 519.
 Carlssen, O. 54.
 Cassier, P. 1024.
 Catala, V. 560.
 Cazeneuve, P. 30.
 Cellophane, La, Soc. anon. 1014.
 Champion, H. 1004.
 Chandelon, Th. 13, 44, 155, 782.
 Chardonnet, A. de 151, 152.
 Chardonnet, Graf Hilaire de 2—15, 46, 48, 98—106, 129, 132.
 Chartrey, H. 128.
 Chartron, J. 897.
 Chatelineau, H. C. M. L. 650.
 Chaubet, J. 277.
 Chaumat, A. 302, 335.
 Chavassieu, H. L. J. 474.
 Chemical Foundation Inc. 287.
 Chemical Products Comp. 617.
 Chemische Fabrik Bettenhausen Marquart & Schulz 266.
 Chemische Fabrik Griesheim-Elektron 666.
 Chemische Fabrik Johannes Schleu 51.
 Chemische Fabrik von Heyden Akt.Ges. 476—479, 617.
 Chemische Werke vorm. Auergesellschaft Kommanditgesellschaft 439, 805, 896.
 Chesnais, A. 536, 968.
 Claessen, C. 179.
 Clancy, J. C. 54, 55, 625.
 Classen, A. 697.
 Claude, G. 154.
 Claviez, E. 800, 1028.
 Clayton, E. 695.
 Clayton, J. 544, 548, 549, 813—820, 936.
 Clément, L. 635.
 Clercq, Ch. de 967.
 Clothworthy, H. R. S. 1035.
 Cochius, F. 761.
 Coffin, Ch. F. jr. 590.
 Coggeshall, G. W. 174.
 Coma, Cl. de 113, 114.
 Compagnie de la soie de Beaulieu 121.
 Compagnie Générale pour l'Exploitation des Brevets et Procédés de Récupération Brégeat, Soc. anon. 172.
 Compagnie française des applications de la Cellulose 302, 335, 980, 1020.
 Conley, A. D. 981.
- Converse, L. S. 957.
 Continentale Viscose Compagnie G. m. b. H. 377.
 Cooley, J. Fr. 765.
 Cordonnier-Wibaux, A.-C. 82.
 Courtauld & Co. S. Ltd. 450, 451, 544 bis 549.
 Courtaulds Ltd. 392, 394, 515—519, 574, 635—636, 724, 813, 819, 836, 837, 851, 972, 981, 985.
 Craig 165.
 Crépelle-Fontaine 150.
 Crespin, L. 59.
 Criggal, J. E. 735, 737.
 Crombie, W. A. E. 365, 782.
 Cross, Ch. Fr. 367, 369, 371, 378, 385, 483, 516, 603, 667, 687, 696, 993.
 Crumière, E. 256, 345, 1005.
 Culp 976.
 Cuntz, L. 327, 357, 780.
 Cuprum Aktiengesellschaft 252.
 Cusin, M. 902.
- D**ammann, E. 617.
 Daniel, A. 172.
 Davoine, H. 673.
 Dean, J. 982.
 Degraide, E. 36.
 Delahaye, H. 410.
 Delpech, J. 36, 116, 131, 132, 157, 338, 1059.
 Delubac, A. 540.
 Deming, H. C. 688.
 Denis, M. 52, 73, 76, 92, 93, 108, 158, 560, 737.
 Denis, J. M. A. 61, 132.
 Dervin, J. M. E. 137, 138.
 Desmarais 61.
 Despaissis, L. H. 182.
 Deutsche Gasglühlicht-Auergesellschaft (Chemische Werke vorm. Auerges. Kommanditges.) m. b. H. 414, 430, 433, 977, 978.
 Deutsche Zellstoff-Textilwerke G. m. b. H. 498.
 Diamanti, H. 121, 146, 1004.
 Diamond, C. 972.
 Dickie, W. A. 614.
 Dierig, Chr., G. m. b. H. 799.
 Diesser, G. R. 656, 657, 659, 660.
 Dietl, G. 13, 43.
 Dietler, Fr. 443, 444.
 Dinger, F. A. 909.
 Dispersoid Syndicate Ltd. 413.
 Ditman, N. E. 412.
 Ditzler, G. 208, 232, 293, 655.
 Doherty, H. L. & Co. 179.
 Donagemma, G. 888.
 Dony-Hénault 181.
 Douge, J. 13, 42, 139.

- Dreaper, W. P. 205, 328, 364, 366, 406, 527, 707, 781, 835, 878, 956, 993, 1003, 1010, 1041, 1053, 1054, 1055.
- Dreyfus, C. 744.
- Dreyfus, H. 407, 610—614, 615, 1010, 1035.
- Drummond 165.
- Drut, L. 852.
- Dryen, A. 70, 111.
- Dubosc, A. 126, 687, 696.
- Dubot, E. 822.
- Duclaux, J. 36, 50, 156, 624.
- Dulitz, A. 128, 131, 1062.
- Du Pont, E. I. . . . de Nemours Powder Co. 164.
- Duquesnoy, J. 46.
- Düsseldorf-Ratinger Maschinen- u. Apparatebau-A.-G. 837, 845, 847.
- Dynamit A.-G. vorm. A. Nobel & Co. 804.
- E**ck, E. 297, 331.
- Eck, Th. 233, 300, 334.
- Eckert, P. 532, 533.
- Eggert, H. 415, 422.
- Eilfeld, F. 728.
- Elektro-Osmose, Akt.-Ges. (Graf-Schwerin-Gesellschaft) 694.
- Elsässer, E. 214, 217, 792.
- Ernst, Ch. A. 447, 541, 544, 567, 568.
- Erste Böhmisches Kunstseidefabrik A.-G. 535.
- Erste Österreichische Glanzstoff-Fabrik A.-G. 999.
- Eschaliér, X. 959—962.
- Evans 2.
- F**abrique de soie artificielle de Tubize Soc. anon. 47, 111, 150, 151, 525, 636, 708, 910.
- Fabrique de Soie Artificielle d'Obourg, Soc. anon. 108.
- Fahrenheim, H. 800.
- Farbenfabriken vorm. Friedr. Bayer & Co. 174, 596—602.
- Farbwerke vorm. Meister Lucius & Brüning 318, 523, 525.
- Faure-Roux, Ch. 1061.
- Faust, O. 534.
- Feith, J. 310.
- Feldmühle, Papier- u. Zellstoffwerke A.-G. 799.
- Ferenzi 417.
- Fessmann, L. 969, 1025, 1042.
- Fischer, E. J. 637.
- Fivé, L. 83.
- Fleury, A. A. R. 650.
- Follet, P. 208, 293, 655.
- Foltzer, J. 205, 255, 266, 307, 312, 347, 361, 1020.
- Forest, Ph. 980.
- Fougeirol, E. 872.
- Fournaud, J. 154.
- Fournier, R.- P. 177.
- Fox, Th. W. 872.
- Franke, Gebr. 731, 792, 793.
- Frankl, R. 567.
- Freericks, 1060.
- Fremery, M. 183, 185, 254, 255, 260, 311, 346, 347, 349, 350.
- Freise, H. 1034.
- Friedel, J. A. E. 981.
- Friedemann, E. 670.
- Friedrich, E. W. 282, 283, 773, 774, 922, 965.
- Friedrich, Ph. 203, 264, 281, 284, 285, 313, 329.
- Frischer, H. 162.
- Fuchs, A.-F. 662.
- Fuchs, M. 903, 905.
- Furness, W. H. 876.
- Fürst G. Donnersmarck'sche Kunstseiden- und Acetatwerke 571, 593, 925, 1003.
- Fürst, K. 696.
- G**alibert, E.-M.-S. 663, 1009.
- Gardner, H. D. 636.
- Gay, Ch. 656.
- Gebauer, J. 966, 967.
- Gérard, M. P. E. 16.
- Germain, P. 31, 126.
- Gesellschaft für Verwertung chemischer Produkte 718, 895, 979.
- Girard, P. 254, 417, 735, 864, 1012, 1037.
- Glafey, B. 832.
- Glanzfäden Act.-Ges. 231, 264, 281, 284—287, 342, 500—504, 584, 737, 1028—1034.
- Glover, W. H. 392, 635.
- Glum & Co. 669.
- Gocher Oelmühle, Gebr. van den Bosch 671, 769, 771, 924.
- Godet, F. L. 33.
- Goerz Photochemische Werke G. m. b. H. 174.
- Goldschmidt, Th., A.-G. 686.
- Gorrand, G. 30.
- Granquist, C. A. 768.
- Greenwood and Batley Ltd. 840.
- Grunert, K. 827.
- Guadagni, G. 290, 292, 731.
- Guillet, V.-A. 1059.
- Gustafson, P. A. 408, 523.
- Güdelhöfer, F. 911.
- Gyger, A. S. 1009.
- H**addan, R. 111.
- de Haën, E. 304, 305, 341, 342.
- Haeußermann 604.

- Hanauer Kunstseidefabrik G. m. b. H. 226—230, 297—299, 314, 331—332.
 Hartogs, J. C. 490, 495, 498, 702, 746, 787, 789, 834, 849, 877, 1015.
 Hartmann, A. 252.
 Haubold, C. G. Akt.-Ges. 822—824.
 Hawlik, H. 433, 973.
 Hegan, H. J. 635.
 Helbronner, A. 653, 654.
 Henckel von Donnersmarck, Fürst G. 445, 446, 550, 1001.
 Hermans, J. 341.
 Herminghaus & Co. G. m. b. H. 411, 423, 580, 581, 582, 945, 947, 1018.
 Herrmann, F., Maschinenfabrik 167.
 Herzog, A. 1012.
 Herzog, E. 121, 1058.
 Herzog, G. 1010.
 Hesse, L. 580, 581, 582.
 Hillebrand, P. 716.
 Hillringhaus, H. 903, 905.
 Hoelken, M. 246, 723.
 Hoelken, M., jun. 250.
 Hoelkenseide G. m. b. H. 243, 245, 706, 918, 921.
 Hofmann, K. 682.
 Holt, Th. W. 840.
 Hooper, J. P. 807, 808, 844, 981.
 Hooper, J. P. Manufacturing Company 808, 844.
 Hottenroth, V. 417, 507, 690.
 Hoyermann, H. 395.
 Hömberg, R. 295, 333, 764.
 Huber, J. 532, 533.
 Hubert, E. 598.
 Hughes, E. J. 2.
 Hunter, J. R. 654.
 Huttinger, Ch. A. 413, 513.
 Huwart, E. J. B. G. J. 48.
 Hübner, J. 688, 695, 791, 980.
International Cellulose Company 692, 693.
 Internationale Zelluloseester Ges. m. b. H. 593, 595.
 Isler 107.
Jacquemin, H. 483.
 Jaeger, 's. Wassermann 274.
 Jannin, L. E. 650, 1005.
 Jellinek, B. D. 623.
 Jentgen, H. 361, 499, 567, 748, 801, 841.
 Joliot, P. 392.
 Juer, G. 37, 636, 712.
Kämpf, A. 425, 505—507, 578—580, 740, 943, 944.
 Karplus, H. 962, 964.
 Kaufmann, W. 828, 884, 950.
 Kazuta Kishi 34.
 Kempf, H. 252.
 Kempter, F. 415, 426.
 Kitsee, I. 237, 308, 801.
 Klason 402.
 Knecht, E. 272, 306.
 Kniffen, F. 164.
 Knittel, R. 1060.
 Knöfler, O. 48, 117.
 Knoevenagel 604.
 Knoll & Co. 602—609.
 Köln-Rottweil Akt.-Ges. 53, 526, 667, 739, 989, 990.
 Kohorn & Co. 526, 809, 951.
 Kosmos G. m. b. H. 337.
 Kracht, A. W. 204.
 Krafft, V. 85.
 Kraus, P. 257, 1026, 1027.
 Krause, G. A. 673.
 Kregten, J. R. N. van 409.
 Kuhn, A. D. J. und L. 897—901.
 Kühnel, R. 742.
 Kunstfäden-Gesellschaft 13, 44, 121.
 Küttner, Fr. 435—437, 481, 482, 710, 713, 865, 875, 889, 891, 903—905, 928, 929, 934, 1051.
 Küttner, H. 484.
Lacroix, G. 489.
 Lacroix, G. D. 13, 43.
 Lambert, Ch. 146.
 Lance, D. 663.
 Lance, R. D. 32, 534.
 Lange, H. 492.
 Langhans, R. 277, 679—681, 684.
 Laroche, J.-L. 736.
 Larsson, A. W. 1004.
 La soie artificielle société anonyme française 418, 434.
 La soie de Basècles société anonyme 67 bis 69, 699.
 La soie de Chatillon, Soc. anon. Ital. 440.
 Latapie, A. 732.
 Lauffs, A. 237—241, 912, 983, 984, 1045.
 Lavaud, R. 994.
 Leaver, J. M. 534.
 Lebourveau, U. J. 173.
 Leclair, Ch. C. 383, 556—558, 774.
 Lecoeur, A. 261, 262, 313, 328, 329, 1004.
 Lederer, L. 590—592.
 Leduc, L. 483.
 Legrand, E. G. 339.
 Lehner, A. 165, 809, 823, 938.
 Lehner, F. 224, 1010.
 Lehner, Fr. 2, 21—27.
 Leonard, G. 744.
 Lequeux, G.-A.-N. 560.
 Levy, L. A. 173, 626—627, 748.

- Lilienfeld, L. 34, 370, 384—388, 420,
 475, 588, 618—620, 697.
 Linde 154.
 Linkmeyer, R. und C. R. 197, 198, 202,
 203, 264, 274, 278, 281, 284, 285, 313,
 316, 317, 329, 351, 355, 356, 395—399,
 520—521, 775—778.
 Linfoot, M. 981.
 Linnemann, F. 940.
 Little, A. D. 589.
 Lloyd, I. A. 517.
 Löffler, R. J. 667.
 Loewe, B. 88—91.
 Löwen, W. zur 217.
 Lointier, A.-G. 158.
 Loncle, A. 128.
 Loumiet 154.
 Lüdecke, G. 557.
 Luft, M. 514, 575.
 Lummerzheim, H. 949.
 Lustron Company Inc. 590.
 Luxburg, Graf A. 571.
 Lyncke, H. 383.
Mahler, W. u. V. 271.
 Mancelin, F. 812.
 Manchester Oxide Company Ltd. 695.
 Mandleberg, J. & Co. Ltd. 972.
 Mann, Cl. 1014.
 Manquat, J. 865, 890.
 Margosches, B. M. 417.
 Marriott, R. H. 668.
 Martin, V. 820.
 Maschinenbau-Anstalt Humboldt 309,
 416.
 Massmann, Chr. 51.
 Masson 165.
 Massot, W. 1010.
 Medenwald 804.
 Meigs, C. C. 626.
 Merckens, Guill. und Gust. 994.
 Mertz, E. 57, 204, 263, 348, 772, 871.
 Mertz, V. E. 265.
 Metallhütte Baer & Co. 902.
 Metallwerke vorm. I. Aders Akt.-Ges.
 577.
 Mewes, R. 796, 841—843.
 Meyer, L. 970, 1043.
 Micozzi, E. 888.
 Minck, P. H. 287, 342.
 Mitchell, F. und W. G. 1061.
 Mitscherling, W. O. 408, 696.
 Millar, A. 17, 638—641.
 Moeller, F. 970.
 Morane, G. 61.
 Morane, L. 65.
 Moriondi, C. u. Ch. 531, 566.
 Mork, H. S. 589—590, 617.
 Mugnier, J. 644.
 Müller, C. A. 257, 367.
 Müller, C. F. 327.
 Müller, M. 448, 510, 511.
 Müller, O. 296, 307, 671, 731, 792 bis
 793, 924.
 Müller, R. 403, 676, 677.
 Murata, I. 367.
 Myers, W. 872.
**Naamlooze Vennootschap Hollandsche
 Kunstzijde Industrie** 422, 496—498,
 565.
**Naamlooze Vennootschap Hollandsche
 Zyde Maatschappy** 661.
**Naamlooze Vennootschap Nederlandsche
 Kunstzijdefabriek** 409, 415, 723, 787,
 802, 838, 849, 992, 1017.
 Nagy, A. 851.
 Napper, S. S. 451, 972.
 Naudin, L. 376, 569.
 Neumann, G. 528.
 Newbold, H. 58.
 Nieuviarts, E. 967.
 Nitritfabrik Akt.-Ges. 610.
 Nitrogen Corporation, The 54, 55, 625.
 Nobel, Dr. A. . . s Sterbhus 726.
Öberlé, E. 58.
**Österreichischer Verein f. Chem. u.
 Metallurgische Produktion** 174.
 Ogawa, W. 367.
 Ohlson, O. 744.
 Okubo, S. 367.
 Opfermann, E. 670, 677.
 Ost, H. 195.
 Ostenberg, Z. 667, 692, 693.
 Ozanam 2.
Pacific Lumber Company, The 534.
 Palatine Artificial Yarn Company 232.
 Palmer, C. W. 982.
 Palmer, Ch. W. 614, 615.
 Patten, J. Cl. 310.
 Pauly, H. 183.
 Paverin Akt.-Ges. 988.
 Pawlikowski, R. 292, 337, 353.
 Pellerin, A. 384, 793, 1022—1024.
 Perl, A. 272, 526.
 Perl, A. G. 567.
 Perl, Alf. 306.
 Perreyron, M. F. 982.
 Persch, P. 164.
 Persoz, J. 687.
 Petit, A. 29.
 Petit, F. 489.
 Pettit, S. W. 382, 542, 544, 568.
 Pictet 154.
 Pinel, A. und M. J. A. 433, 719, 892, 941.
 Ping, H. J. 795.
 Pissarev, S. 448.
 Plaisetty, A. M. 126.

- Planchon, V. 60, 867.
 Plausons Forschungsinstitut G. m. b. H. 1036.
 Plausons (Parent Co.) Ltd. 408.
 Pollak, Dr. F., G. m. b. H. 624.
 Pollak, M. 202, 356.
 Pope 688.
 Powell 2.
 Prims, Jos. C. 566.
 Profeld, E. 436, 437.
 Prud'homme, M. 261.
 Pulverfabrik Skodawerke-Wetzler A.-G. 401.

Ramesohl & Schmidt, Akt.-Ges. 830.
 Rathert, H. 580—582.
 Ratignier, M. 1018.
 Raverat, G. 139.
 Réaumur 1.
 Rector, Th. M. 174.
 Reents, W. 728.
 Reid, D. E. 494.
 Reissiger, E. M. 557.
 Renaudin, A. 902.
 Rheinische Kunstseide-Fabrik Akt.-Ges. 296, 671, 698, 771, 869.
 Richard, G. 21.
 Richter, H. 118—120.
 Rittenhouse, Ed. 513.
 Rivière, C. 635.
 Roberts, F. 989.
 Robertson 165.
 Roederer, W. R. 676.
 Röhrens, H., J. und W. 889.
 Ropposch, H. 951.
 Rothband, H. L. 972.
 Rousset, J. 853—857.
 Roy, H. B. 614.
 Rudolf, P. 329.
 Ryley, C. F. 982.
 Ryon, E. H. 765.

Sachs, W. 637.
 Sächsische Kunstseidewerke Akt.-Ges. 726.
 Sadtler, S. S. 176.
 Sandoz, Ch. 714.
 Sarason, L. 665, 666.
 Sauverzac, J.-M. de 48, 88, 155, 198, 1020.
 Schacht, W. 678.
 Schadee, H. M. 496.
 Schäfer, A. und G. L. 257, 263.
 Schall 1010.
 Schaumann, F. 1004.
 Schloss, A. 595.
 Schlumberger, Th. 45, 117.
 Schmid, A. W. 982.
 Schmid, T. & Co. 1020.
 Schmitz, C. 830.

 Schnabel, K. 674, 675.
 Schneeberger, L. 610.
 Schreiner, K. 236.
 Schreiter, R. 1060.
 Schröder, R. 258, 744, 957.
 Schubert, F. 783.
 Schubert, F. W. 795.
 Schultze, K. 895.
 Schülke, E. 412, 420, 523, 578, 705, 748, 895, 939, 1036, 1046, 1047.
 Schwalbe, C. G. 401, 577, 674, 678, 683, 687, 688.
 Schwarz, R. 637.
 Schwarzkopf, R. 421.
 Schwebel, W. 168.
 Schweizer 185.
 Seel, P. C. 433.
 Seibel, F. 721.
 Semenov, A. K. 536.
 Sénéchal de la Grange, E. 29.
 Shrager, C. 32, 534.
 Sidler, E. 436, 437, 710.
 Siemens-Schuckertwerke G. m. b. H. 826, 827.
 Silbermann, H. 1.
 Silkin Kunstseide G. m. b. H. 491.
 Sinclair, H. 565.
 Sindl, O. 433, 840.
 Sinkwitz, R. 882—884, 891, 950.
 Snia, Soc. di Navigazione Industria e Commercio Reparto Viscosa 523.
 Snyder, Ch. A. 981.
 Società Italiana Lavorazioni Meccaniche 918.
 Società Metallurgica Italiana 897.
 Società Seta Artificiale di Padova 526.
 Société Allègre, Mondon et Cie. 525, 526.
 Société anon. de prod. chim. de Droogenbosch 13, 41.
 Société anonyme des Celluloses Planchon 83, 494, 705, 867, 1008.
 Société anonyme des Soieries de Maransart 483.
 Société anonyme des plaques et papiers photographiques A. Lumière et ses fils 49, 51, 59—60, 86.
 Société anonyme fabrique de soie artificielle de Tubize 150—151, 181, 888.
 Société anonyme Française Kodak 494.
 Société anonyme française la soie artificielle 320.
 Société anonyme hongroise pour la fabrication de la soie de Chardonnet 180.
 Société anonyme „La Soie artificielle“ 322.
 Société anonyme La Soie de Compiègne 535.
 Société anonyme la soie nouvelle 263, 312.
 Société anonyme „Le Crinoid“ 262, 329.

- Société anonyme: Le Verre Souple (Brevets Millot) 626.
 Société anonyme pour la fabrication de la soie de Chardonnet 154, 180, 389.
 Société anonyme pour l'étude industrielle de la soie Serret 126, 650.
 Société anonyme Soie de St.-Chamond 395.
 Société Boullier & Lafais 79.
 Société Chimique des Usines du Rhône 634, 991.
 Société dite: Alsa, Soc. anon. 857.
 Société dite „La Soie artificielle“ 327.
 Société française de la Viscose 372—376, 448, 450, 536—540, 569.
 Société générale de la soie artificielle Linkmeyer 198—201, 278—281, 316, 356, 763.
 Société générale de soie artificielle par le procédé Viscose 550, 553.
 Société générale pour la fabrication des matières plastiques 275.
 Société H. Pervilhac et Cie 1018.
 Société Industrielle pour l'Application de Brevets et Procédés 972.
 Société J. Bouchayer et Paris et Cie. 164.
 Société J. Jean & Cie. 139.
 Société La Cellophane 535.
 Société l'air liquide, Société anonyme pour l'étude et l'exploitation des procédés G. Claude 148, 149.
 Société La Sétaoid 33.
 Société La Soie artificielle 968.
 Société „La Soie artificielle de la Voulte“ 971.
 Société La Soie artificielle du Nord 305, 821.
 Société La Soie Artificielle Française de Rennes 172.
 Société Lyonnaise De Soie Artificielle 808.
 Société pour la fabrication de la soie „Rhodiaseta“ 626—634, 991.
 Société pour la fabrication en Italie de la soie par le procédé de Chardonnet 153—154.
 Sonnery, J. 1037.
 Spence, P. & Sons Ltd. 272, 306, 355.
 Spinnstoff-Fabrik Zehlendorf G. m. b. H. 531.
 Stadlinger 1059.
 Stafa Aktiengesellschaft 528.
 Stark, J. 557.
 Stearn, Ch. H. 440—442, 550.
 Steimmig, F. 484, 486.
 Steude, M. 437.
 Stevenson, W. J. 412, 625.
 Stillwell, E. C. 981.
 Stoerk 13, 42.
 Stokes, W. H. 518.
 Strehlenert, R. W. 48, 117, 749—756.
 Stulemeyer, C. L. 422, 565.
 Sudenburger Maschinenfabrik und Eisen-gießerei, Akt.-Ges. 740, 741, 1049.
 Swan, J. W. 2.
 Swinburne 2.
Taylor, A. 173.
 Technochemia A.-G. 398, 411, 420, 522, 523.
 Tetley, H. G. 544, 548.
 Textilausrüstungs-Gesellschaft m. b. H. 973.
 Thall, E. 54.
 Thiele, E. 191—195, 196, 352, 366, 758 bis 760.
 Thilmany, A. 400, 704, 798.
 Thomson, O. S. 695.
 Timpe, H. 651, 661.
 Tissier, J. 672.
 Todtenhaupt, Fr. 646—649.
 Tolini, P. 888.
 Tompkins, H. K. 364, 365, 1003.
 Topham, Ch. Fr. 553, 709, 724, 809.
 Traube, W. 303, 304.
 Tubize Artificial Silk Company 636.
 Tubize Artificial Silk Co. of America 38.
 Turgard, H. D. 29, 116.
Ubertin, J. 665.
 Uebel, Gebr. 195.
 Urban, J. 183, 185, 254, 255, 260, 311, 346, 347, 349, 350.
Vajdafy, A. v. 154.
 Valentini, M. 888.
 Valette, R. 29.
 Vallée, E. 653, 654.
 Vennin, A. 820.
 Venter, O. 428.
 Verein für Chem. Industrie 673.
 Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges. 186, 188, 318—325, 357, 358, 438, 448, 450—457, 571, 586, 609, 684, 857, 859—863, 907, 954, 959, 997—998, 1001, 1013.
 Vereinigte Köln-Rottweiler Pulverfabriken 873.
 Vereinigte Kunstseidefabriken A.-G. 41, 224, 378, 379, 443, 444, 587, 994 bis 996, 1010.
 Verhave, Th. H. 490.
 Vermeesch, J. J. M. A. 263, 312.
 Vielle 4.
 Vieweg, W. 299, 618, 687.
 Vilan, P. 821.
 Vincent, A.-E. 176.
 Vindrier, P. 1041.
 Viola, A. 602.

- Viscose Company, The 819, 820.
Viscose Development Co. Ltd. 993.
Viscose Syndicate Ltd. 371.
Vittenet, H. E. A. 81, 82, 143.
du Vivier, J. H. 17.
Voss, H. 508, 514, 576, 1055, 1056.
- W**addell, M. 382, 542—544, 568.
Waentig, P. 257.
Wagner, A. 243, 315, 345, 415, 975.
Waite, Ch. N. 473, 568, 765, 1001.
Walker, W. H. 589.
Walther, G. 492.
Wassermann, M. 274.
Wassermann & Jaeger, Fa. 274.
Watson Smith 592.
Watt 2.
Weertz, M. 672, 910.
Weimarn, P. von 687.
Weiss, E. 312.
Weissenberger, G. 57.
Welch 1060.
Welch, S. A. 982.
Wetzel, J. 296.
Whitehead, W. 615.
- Whritner, H. C. 797.
Wilkinson 1059.
Williams, H. 695.
Willstätter, R. 686, 697.
Wilson, L. Ph. 392, 394, 450, 574, 851.
Winther-Havenith, J. de 808.
Wiskemann, F. 724.
Wislicki, F. 127.
Witt, O. N. 1060.
Woegerer, C. 731.
Wohl, A. 48, 155, 616.
Wolf, D. 257, 367.
Worms, M. 513, 706, 802, 887.
Wünschmann 984.
Wurtz, E. 567, 845.
Wurtz, Ed. 837, 841.
Wynne 2.
Wyss-Naef, H. 16.
- Z**änker, W. 674, 675.
Zdanowich, J. O. 621—623.
Zellstoffabrik Waldhof 507, 690.
Zellstoff-Verwertungs-Akt.-Ges. 243,
315, 345, 827, 890.
Ziegler, J. W. 310.

Sachverzeichnis.

- Abfallnatronlauge**, Reinigen 434—440.
Abfallsäure 140.
Abfallsprit, Reinigen 179.
Abfälle der Kunstseideherstellung, Verarbeitung auf Formylzellulose 609.
— der Kunstseideindustrie 1061.
— der Viskoseseideherstellung 580, 581.
Abgase der Viskoseseideherstellung 577, 582.
Abhaspeln von Acetylzellulosefäden 609.
Abkühlen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 297.
Abraumsalz 464.
Absäuern von Kupferseide 215—217.
Absäuerungsrinne 215, 243, 244.
Absorptionsvorrichtungen zum Wiedergewinnen von Lösungsmitteln 8, 137, 139—143, 150—152, 156, 162—165, 168.
Absorptionsflüssigkeit, vernebelte 177.
Absorptionskohle 173, 174.
Absorptionskraft der Zellulose für Alkalilauge, Reife 433.
Absorption und Kühlung 175.
Abspülen, Anfeuchten vor dem 204.
— von stehenden Spulen 869.
Abwässer der Viskoseseideherstellung 580, 581.
Abwässerreinigung 132, 180, 181.
Acetaldehyd 49.
— beim Trockenspinnen 612.
Acetale als Lösungsmittel 48.
Acetamid 36, 624.
— zu Viskose 396.
Acetate zum Lösen von Zellulose 690.
Acetatseide 36, 589—637.
—, feinfädige 598.
Acetin 265.
Aceton 27, 30, 31, 35—39, 45, 46, 82, 143, 152, 600, 612, 614, 625, 1635.
—, gereinigtes, wasserfreies 30.
— zum Fällern von Chlorzinkzelluloselösungen 364.
— zum Reinigen von Zellulose 417.
Acetonkollodium und schweflige Säure 81.
Acetonöl 31, 173.
Acetonwiedergewinnung 30, 152.
Acetylaceton 611.
Acetylen, viskose Öle aus — und Teerölkohlenwasserstoffen 619.
Acetylentetrachlorid 590, 592, 596, 600.
Acetylnitrozellulose 35.
—, Fäden aus 35, 591, 592, 626, 635.
Acetyl- und Nitrozellulose, Fäden aus 35, 38, 39, 592.
Acetylzellulosefäden, Behandeln mit anorganischen Säuren 605.
Acetylzelluloselösungen, Herabsetzung der Viskosität von 637.
Acetylzellulose, Unlöslichmachen 608.
—, Zusatz von Salzen zu Lösungen von 606, 617.
Acidylzellulose, niedriger acidylierte als Tri- 617.
Acidylzelluloselösungen, Fällern durch Salzlösungen 606, 617.
Acidylzellulosen 637.
Äthanal 663.
Äther zum Fällern von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 205.
— zum Kollodium 15.
Ätherschwefelsäure 24.
Äthylalkohol in alkalischen Fällbädern für Acetatfäden 618.
— in Koagulierbädern für Acetylzellulosefäden 618.
Äthylendiamin 303.
Äthylenthiohydrin und -ester zu Viskose 525.
Äthylidenaceton 611.
Äthylschwefelsäure 965.
Äthylzellulose 38, 613.
—, Textilstoff aus Streifen von 637.
Ätzalkali zu ammoniakalischer Kupferlösung 261, 262.
Ätzalkalien zu Alkalichloridfällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 330.
Ätzfeste Zwirne usw. 1059.
Ätzkali zu Kupferoxydammoniakzelluloselösung 305.
Ätznatron, elektrolytisch hergestelltes 403.
Agar-Agar 533, 644.
Alaune oder Aluminiumsulfat zum Nachbehandeln von Zelluloseätherseide 619.

- Alaune zum Unlöslichmachen von Fäden aus Eiweißstoffen 640, 641, 650, 659.
 Alaunlösung als Fällmittel 30.
 Albumin 659, 660.
 — in Nitrozellulosemassen 29, 35.
 — und Kautschuk zum Nachbehandeln von Kunstfäden 967.
 — zum Animalisieren 19.
 Albuminstoffe, tierische 656.
 Aldehydbisulfite und Reduktionsprodukte 469, 492.
 Aldehyde in alkalischen Fällbädern für Acetatfäden 618.
 — in alkalischen Fällbädern für Kupferseide 328.
 — in Acetylierungsgemischen 622.
 — in Fällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 328, 335.
 — zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 295.
 — zum Kollodium 16, 49.
 — zum Nachbehandeln von Kunstfäden 959—962.
 Aldehydverbindungen zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 295.
 Alginsäure 665—666.
 Alkialuminat zu Viskoselösungen 448.
 — zum Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 337.
 — zum Füllen von Viskosefäden 448.
 Alkalibikarbonate zum Füllen von Viskosefäden 447.
 — zur Herstellung haltbarer Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 264.
 Alkalibisulfate als Fällmittel für Kupferseide 313.
 Alkalibisulfate zur Lösungsmittelwiedergewinnung 140.
 Alkalien zum Nachbehandeln von Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 198.
 —, Vorbehandeln in Salzsäure-Schwefelsäure zu lösender Zellulose mit 692.
 Alkalilauge, stark gekühlte zur Viskoseherstellung 406.
 Alkalilaugen zum Füllen von Chlorzinkzelluloselösungen 366.
 Alkalilösungen, wässrige zum Füllen von Acetatfäden 617.
 Alkalische Mittel zum Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 195, 204, 316—344.
 Alkalisilikat zu Viskoselösungen 448, 532.
 Alkalisilikate zum Füllen von Viskosefäden 516.
 Alkalisulphydrat und Magnesiumsalz zum Denitrieren 27.
 Alkali- und Erdalkalisalze zum Füllen von Viskosefäden 485.
 Alkalizellulose, ausgereifte 400.
 —, Herstellung 418, 420—433.
 —, Herstellung mit Abfallauge 433.
 —, pulverförmige 433.
 —, ungereifte 408, 500, 501, 526, 534, 580, 990, 1031—1034.
 —, Vorrichtungen zur Herstellung von 418, 420, 424—427, 429, 433.
 Alkalizelluloseexanthogenat, lösliches, gepulvertes 383.
 Alkalizinkat zum Füllen von alkalischen Zelluloselösungen 338, 1005.
 — zum Füllen saurer Zelluloselösungen 534.
 Alkohol, absoluter als Lösungsmittel 57.
 — in Kupferoxydammoniakzelluloselösung 297.
 — im sauren Fällbad für Viskosefäden 536.
 — und Eisenchlorür zum Denitrieren 14.
 —, verdünnter zum Füllen von Nitrozellulosefäden 107.
 — zum Füllen von Chlorzinkzelluloselösungen 364.
 — zum Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 182, 205.
 — zum Kollodium 15.
 — zum Reinigen von Zelluloseexanthogenat 383.
 — zum Wiedergewinnen von Lösungsmitteln 165.
 Alkoholate bei der Alkalizelluloseherstellung 408.
 Alkohole, hochsiedende, zur Lösungsmittelwiedergewinnung 152, 158.
 — in alkalischen Fällbädern 328, 334.
 — in Fällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 328, 334.
 — in Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 328.
 —, mehrwertige in sauren Fällbädern für Viskosefäden 450, 451, 466.
 —, mehrwertige, zum Nachbehandeln 990.
 — zum Reinigen von Zellulose 417.
 Alkylamine 282, 283.
 Alkylendiamine 303, 304.
 Alkylformiate 50.
 —, Verseifen 156.
 Alkyl- und Nitrozellulose 38.
 Aluminat, Alkali-, in Fällbädern 337.
 Aluminiumacetat zu Viskose 528.
 Aluminiumchlorid 48, 126, 155.
 — als Fällmittel 313.
 — bei der Lösungsmittelwiedergewinnung 155.
 — in Albuminfäden 641.
 — zum Kollodium 16, 33.
 Aluminium-Magnesiumhypochlorit 35.

- Aluminiumnitrat zum Nachbehandeln 973.
 Aluminiumphosphat in Albuminfäden 640.
 Aluminiumsalze zum Kollodium 31, 33.
 — zum Reinigen von Viskose 379.
 — zum Unverbrenlichmachen 126.
 Aluminiumsulfat beim Auswaschen 321.
 — zu Fällbädern für Viskosefäden 442, 513, 531.
 Ameisensäure als Fällmittel für Viskose 444.
 — und Phosphorsäure zum Lösen von Zellulose 684.
 — zum Lösen von Eiweißstoffen 657 bis 660.
 — zum Lösen von Zelluloseacetat 594, 595.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung 158.
 Ameisensäureäthylester beim Acetylieren von Zellulose 627.
 Ameisensäureester 36, 48, 50.
 — beim Trockenspinnen 612.
 — zum Lösen von Zelluloseestern 616, 624.
 Amidgruppen, Körper mit — zu Viskose 395.
 Aminonitrozellulosen 30.
 Aminoverbindungen, organische 309.
 Ammoniak, Absaugen aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 280.
 —, Ausblasen aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 281.
 — beim Beschweren von Kunstfäden 977.
 —, Entfernen von — aus aufgespulter Kunstseide 316.
 — Spinnen in 17.
 — und Ammoniaksalze in alkalischen Fällbädern für Chlorzinkzelluloselösungen 366.
 —, wasserfreies, als Lösungsmittel 54, 55, 625.
 — zum Glänzendmachen von Nitro-seide 30.
 — zu Viskoselösungen 479.
 Ammoniakgas zu Nitrozellulose 42.
 Ammoniumacetat 46.
 Ammoniumbasen, quaternäre zum Lösen von Zellulose 697.
 Ammoniumbikarbonat 126.
 — zum Füllen von Viskosefäden 447.
 Ammoniumborate 126.
 Ammoniumchlorid 46, 126, 274.
 — zum Füllen von Viskose 440.
 Ammoniumchlorozinkate 126.
 Ammoniumdoppelphosphate 126.
 Ammoniumdoppelzinkate 126.
 Ammoniumformiat 525.
 Ammoniummetaldoppelchloride 126.
 Ammonium-Natriumdoppelsulfit 494.
 Ammoniumnitrit zum Unverbrenlich-machen 29.
 Ammoniumphosphate 126.
 Ammoniumsalzbad nach Säurebad beim Füllen von Viskosefäden 520, 522.
 Ammoniumsalze in Kollodium 22.
 — zum Füllen von Kupferoxydammo-niakzelluloselösung 227.
 — zum Füllen von Viskosefäden 441, 446, 459, 461, 467, 482, 485, 489, 492, 496, 527, 535.
 — zum Unverbrenlichmachen 126.
 Ammoniumsulfat und Gelatine 662.
 Ammoniumsulfhydrat zum Denitrieren 14, 27, 30, 31, 116.
 Ammoniumsulfid zum Denitrieren 30, 116.
 Ammoniumsulfozinkate 126.
 Ammoniumzinkate 126.
 Ammoniumzinkdoppelborate 126.
 Ammoniumzinkdoppelchlorid 126.
 Amylacetat 45, 59.
 Amylalkohol 30, 43, 46, 152.
 — zum Binden von Alkohol und Äther 134, 152, 158.
 Anilin 3, 173, 448, 600.
 — zum Lösen von Kollodiumwolle 45.
 Anilinschwarz 448, 999.
 Animalisieren 19.
 Anisol 608.
 Anorganische Stoffe als Fällmittel für Esterseide 38, 606, 617, 618.
 Anreichern von Luft an Lösungsmittel-dämpfen durch Zentrifugieren 154.
 — von Viskose 376.
 Ansaugventile, gesteuerte 61.
 Antiphlogine Planté 127.
 Antrieb für Spinntöpfe 820—826, 830 bis 834, 837—841.
 Appretieren von Kunstseide 131, 980 bis 983.
 — mit wasseranziehenden Stoffen 37, 980.
 Aralkylderivate der Zellulose 619.
 Arsenigsäure Salze in alkalischen Fäll-bädern 335.
 Arsenit in alkalischen Fällbädern 342.
 Artillerie 1059.
 Astrachan, künstlicher 1059.
 Atropin 3.
 Aufspeichern zwischen Spinnen und Aufwickeln 90, 91.
 Aufwickelverfahren und -vorrichtungen 859—869, 872—877, 887, 888.
 Aufwickeltrommel mit Seitwärtsver-schiebung der Fäden 859—863.

- Ausrücken der Spinnzentrifugen 820 bis 821, 830, 840—841.
 Ausschleudern, Fadenbildung durch 841—847.
 Austrocknen, Lösen vor — geschützter Zellulose 205.
 —, Verhindern des — von Nitrozellulosefäden 138.
- Balsam** 32.
 Bandförmige Gebilde, Vorrichtung zur Herstellung 1015, 1017.
 Bändchen 804, 1012, 1014, 1015, 1069.
 Bariumsulfat im Faden 975.
 — zu Kollodium 31.
 Basen, organische oxydierbare zum Kollodium 3.
 —, organische, zum Fällen von Viskosefäden 448.
 Bastband, künstliches 1010, 1060.
 Bastseife 653.
 Bauchspeicheldrüse 333.
 Baumwollabfälle 415.
 Baumwolle, künstliche 1022—1025.
 Baumwollumpfen 35.
 Baumwollsamenschalenzellulose 296, 308, 671, 672.
 Befeuchten vor dem Abspulen 204.
 Beizen, alkalilöslliche zu Viskose 528.
 Benzaldehyd 49.
 Benzin als Erstarrungsflüssigkeit 24.
 Benzoessäureester 608.
 Benzol 45, 51, 139, 192.
 — als Erstarrungsflüssigkeit 24.
 — zum Fällen von Kollodiumfäden 24, 117.
 Benzolalkylsulfonamide 611.
 Benzolsulfosäure 467.
 Benzol und Methylalkohol 53.
 Benzonaphthol 608.
 Benzylacetat 600.
 Benzylchlorid 608.
 Benzylzellulose 38.
 Besatzartikel 1058.
 Beschwerden von Kunstfäden 977—979.
 Bewicklung der Spulen, stufenförmige 772.
 Bichromate zum Unlöslichmachen von Fäden aus Eiweißstoffen 640, 641, 662.
 Bikarbonat bei der Herstellung haltbarer Kupfersalze 264.
 Bisulfat, Nachbehandeln von Xanthatfäden mit 482.
 Bisulfatfällbäder für Viskosefäden 472, 475, 480, 481.
 Bisulfit zum Reinigen von Viskose 381.
 Bisulfite als Fällmittel 36.
 — zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösung 314.
- Bisulfitfällbäder für Viskosefäden 470, 473.
 Bleichen künstlicher Seide 313, 568.
 — von Nitroside 128.
 — von Nitrozellulose 35.
 — von Viskosefäden 567.
 Bleichmittel zur Vorbehandlung aufzulösender Zellulose 254—255.
 Bleikammerkristalle 610.
 Blusenstoffe 1059.
 Blut 665.
 Blutfibrin 663, 665.
 Bombaxfaser 672.
 Borate 316.
 Borax zu Pflanzengallerte 644.
 Borsäure 127.
 Borsten, künstliche 1004.
 Brillantierte Fäden 89.
 Bromkohlenwasserstoffe zum Wieder gewinnen von Lösungsmitteln 155.
 Bronze 975.
 Bruzin 3.
 Bürstenfabrikation 1060.
 Buttersäure zum Vorbehandeln von Zellulose 534.
 Butylalkohol 152.
 Butyrylzellulose 36.
- C**₁₂-C₂₄-Xanthogenat 442, 456, 476.
 C₁₈ und C₂₄-Xanthogenat 535.
 Caesiumhydroxyd in Fällbädern 330.
 Caprylalkohol 152.
 Celanese, Aufschmelzen von 1008.
 Cellon für Spinnspulen 908.
 Cerasin 644.
 Cersalze zum Beschweren 977.
 Cetraria islandica 533.
 Chemikalienwiedergewinnung 132, 180, 181, 356—361, 575, 576, 578—581.
 Chinin 3.
 Chinon 474.
 Chlor zum Nachbehandeln von Kunstfäden 972.
 Chloral 36, 624.
 Chloralalkoholat 595.
 Chloralhydrat 36, 595, 624.
 Chloral und tertiäre organische Basen zum Lösen von Zellulose 696.
 Chloralkohol 600.
 Chlorbenzol 580.
 Chlorderivate von Äthan und Äthylen zum Reinigen von Zellulose 417.
 Chlorhydrin 265.
 Chlorkohlenwasserstoffe zum Wieder gewinnen von Lösungsmitteln 155.
 Chlormethyl und -äthyl zum Kollodium 16.
 Chloroform 589, 596, 597.
 — als Erstarrungsflüssigkeit 24, 26, 192.
 Chlorschwefel 27, 970.

- Chlorverbindungen zum Kollodium 15.
Chlorzinkzelluloselösungen, Fäden aus 2, 361—367.
Chromate 316.
Chromoverbindungen zum Denitrieren 118.
Chromsalze zum Beschweren 930.
— zum Reinigen von Viskose 380.
Chromsulfat zum Fällen von Viskose 442.
Cinchonin 3.
Cyanamid zu Viskose 396.
Cyanate zu Viskose 396.
Cyankalium 182.
- Damenhutfabrikation** 1060.
Dampf, Spinnen in überhitztem 17.
— zum Nachbehandeln von Kunstfäden 972, 981.
Dämpfe, saure oder erwärmte, zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 199, 200.
Dämpfen von Viskosefäden 443, 474, 475, 482.
— von Viskosefäden in Gegenwart schwefliger Säure 569.
Deckelbefestigung an Spinntöpfen 549, 558.
Deckmittel zum Abglänzen 1011.
Dehydratisieren, Verhüten des — von Zellulosehydratfäden 993.
— von Nitrozellulosehydrat 37.
Dehydratisierend wirkende Mittel beim Trocknen 352.
Dekahydronaphthalin 171.
Dekorationsmöbelstoffe 1058.
Denitrierabfallaugen 180, 181.
Denitrieren 2—4, 14, 24, 27, 30, 116—132 188, 592.
— in Gegenwart von Lösungs- oder Quellungsmitteln 118—120.
— langer Strähne 132.
— von Fäden aus Acetylnitrozellulose 591.
— von Fäden aus Nitrozellulose und Zelluloseäthern oder -estern 613.
— vor dem Zwirnen 121.
Denitriererlaugen, Reduzieren polysulfidhaltiger 131, 574.
Denitrierlösung, Entfernen von Spuren von 132.
Denitriervorrichtungen 121, 123, 129.
Dextrin 286.
— in alkalischen Fällbädern 338.
Dextrose in Koagulierungs-bädern für Acetylzellulosefäden 618.
Diacetonalkohol 612.
Dialkylzyklobutanone 612.
Dialysierapparat 262.
- Dialysieren von Kupferoxydammoniak 261, 262.
— von Viskose 388.
Diaphragma im Zuleitungsrohr 65.
Diastase in alkalischen Fällbädern 339.
Dichloräthylen 596.
Dicyandiamid zu Viskose 396.
— zum Lösen von Zellulose 697.
Didymosalze zum Beschweren 977.
Differentialkolben 102.
Diffusion, Entfernen von Lösungsmitteln durch 139.
Dinitrozellulose 35.
Dioxydimethyl-diphenylmethan 621.
Disaccharide zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 289.
Dispergiervorrichtung 309, 413.
Dispersionsbeschleuniger 309.
Doppelsalze zum Unverbrennlichmachen 126.
Drehen des Fadens vor dem Verzwirnen in der Spinn schleuder 878.
Drehspinnverfahren 572, 749, 752—754.
Druck nach Evakuieren bei der Alkali-zelluloseherstellung 423.
Druckluftförderung der Spinnlösung 710.
Druckmittel 59.
Druckregelung 61.
Druckwasserantrieb für Spinnzentrifugen 822—824.
Düsenöffnung: Mindestsäurekonzentration 468.
Düsenträger 73, 92, 108.
—, ausschwingbare 67, 69.
—, kreisförmig angeordnete 109, 152.
Dulcit 282.
- Ebonit** 558.
Ecruseide 132.
Edelerden 117.
Eialbumin 640.
Ein- und Ausrücken der Spinnzentrifugen 820—822.
Einwickelpapier 1061.
Einzelausschaltung von Spinnzentrifugen 821, 830.
Eisenacetat zum Denitrieren 17.
Eisenchlorür zum Denitrieren 14, 17.
Eisenoxydulsulfat zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösung 315.
— zum Nachbehandeln kupferhaltiger Fäden 345.
Eisensalze zum Beschweren 978.
Eisensulfokarbonat 535.
Eisenwalzen 324.
Eisessig 17, 19, 29, 35.
— zur Lösungsmittelwiedergewinnung 139.
Eisstücke bei der Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösung 299.

- Eiweißfällende Stoffe zum Nachbehandeln von Zelluloseätherseide 619.
 Eiweißstoffe, abgebaute, in alkalischen Fällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 333.
 —, Fäden aus — und Viskose 474.
 —, Kunstseide aus 205, 638—667.
 Elaidin 32.
 Elastische Gewebe 1061.
 Elastizität, Erhöhung der — von Gebilden aus Acetylzellulose 604.
 Elektrische Drähte, Umspinnen 1060.
 — Eigenschaften, Beseitigen der — von Acetatseide 609.
 — — — — Nitrozellulosefäden 37.
 Elektrischer Strom zum Reinigen von Zellulosepräparaten 694.
 — Strom zur Fadenbildung 495, 798.
 Elektrolyse zur Herstellung saurer Fällbäder für Viskosefäden 531.
 Elektrolysieren von Spinnmassen 665.
 Elektrolyte zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 310.
 Elektrosmose 440, 694.
 Emulgieren von Spinnlösungen mit Gasen 852—857.
 — von Zellstofflösungen mit organischen Flüssigkeiten 409, 413.
 Encollage 131, 982.
 Entbasten von Mischgeweben 991.
 Entgasen von Fällflüssigkeit 215.
 Entglänzen von Kunstfäden 974, 1011, 1014, 1060.
 — von Zelluloseacetatfäden 1035.
 Entkupfern mittels elektrischen Stroms 346.
 — unter Spannung 197, 351.
 Entkupplungsvorrichtung für Pumpenkolben 560.
 Entladungsstrom, konvektiver elektrischer zur Fadenbildung 765, 798.
 Entleimen von Acetatseide 991.
 Entlüften von Spinnlösungen 704, 811.
 — von Viskose 372, 403, 411.
 Entschwefeln alkalischgemachter Fäden aus Viskose 585.
 — von Viskosefäden 443, 575.
 Entwässern in Kupferoxydammoniak zölösender Baumwolle 259.
 Entzündlichkeit, Herabsetzen der — von Kunstseide 126—127, 993—994.
 Entzündung von Nitrozellulosefäden, Verhindern der 153.
 Epichlorhydrin 118.
 Erdalkalichloride als Fällbäder 327.
 — zum Fällen von Kupferseide 313, 327.
 Erdalkalisaccharat in alkalischen Fällbädern 335.
 Erdalkalisalze in Chlorzinkzelluloselösungen 364, 366, 367.
 Erhitzen in Nitrozellulose u. a. m. umzuwandelnder Zellulose 15, 40, 669.
 — nichtdenitrierter Seide in Wasser oder Säuren 127.
 — von Gas und Lösungsmitteldampf 164.
 Erstarrungsflüssigkeiten 24, 31, 60.
 Erstarrungsmittel, nebelartig zerstäubtes, für Kupferoxydammoniakzelluloselösung 200.
 Erwärmen alkalischer Fällbäder 322, 323, 328.
 — bei der Viskoseherstellung 415.
 — des eben gebildeten Fadens 79, 82.
 — von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 332.
 Essigsäure 30, 46.
 — und Phosphorsäure zum Lösen von Zellulose 683.
 — zum Fällen von Viskosefäden 362, 447, 489.
 — zum Kollodium 16, 30.
 — zum Vorbehandeln von Zellulose 534.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung 158.
 Essigsäureanhydrid 31.
 Essigsäureester 30, 36, 48.
 Essigsäuremethylester beim Acetylieren von Zellulose 627.
 — zum Lösen von Zelluloseestern 616.
 Etuindustrie 1060.
 Explosion schlecht denitrierter Kunstseide beim Bügeln 131.
 Explosionsmotor zur Salzsäureherstellung 403.
Faden, von innen gefärbter 842.
 Fäden für Glühlampen aus Nitrozellulose und Nitroglykose 2.
 Fadenbildung durch Ausschleudern der Spinnlösung aus Düsen oder von Spitzen 841—847.
 — durch Heraussaugen 58.
 — durch Hochziehen einer Masse an Spitzen 1, 665.
 — durch Schneiden 58.
 — in Alkoholdampf 60.
 Fadenführer 244, 812.
 — für bandförmige Gebilde 1015.
 —, kammartiger 83.
 — mit dem Fadenleiter verbunden 864.
 —, rohrförmiger 812, 813, 822.
 — zum Wickeln bauchiger Spulen 792.
 —, zweiteiliger, für Stapelfaserherstellung 1053.
 Fadenführerantrieb 827.
 Fadenführung für Spinntöpfe 834.
 Fadenführungswalzen als Haspel 227.
 Fadenträger, pendelnde 909.

- Fadenweg durch das Fällbad, Verändern der Länge 561.
 —, verlängerter 245.
 Fällbad aus geschichteten, nicht mischbaren Flüssigkeiten 492, 787.
 —, einheitliches für seine Viskosefäden 534.
 —, in Drehung versetztes 558, 753, 754, 773.
 Fällbäder der Viskoseseideherstellung, Entschwefeln 578.
 —, erwärmte, für Viskosefäden 481, 486.
 — für Zelluloseäther 597.
 —, verdünnte und konzentrierte nacheinander 39.
 Fälln durch Lösungsmittel 57.
 Fällflüssigkeit, Entgasen 204.
 —, in Richtung der austretenden Fäden fließende 566.
 —, Überschichten mit nicht mischbarer Flüssigkeit 787.
 —, Wegnahme von den Fäden durch saugfähiges endloses Tuch 774.
 —, Zuführen abgemessener Menge — zu jeder Spinnvorrichtung 250.
 —, Zuführen zu jedem einzelnen Spinnzylinder 723.
 Fällmittel für Acidylzellulosen 589, 594, 596, 600, 606, 610, 615—618, 621, 623—625, 626, 635, 636.
 — für Chlorzinkzelluloselösungen 362, 364—366.
 — für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 192, 204—205, 227, 231, 238.
 — für Viskose 407, 441—536.
 — in Lösungen von Zellulosefettsäureestern 617.
 Farbstoffe in Kollodiumspinnmassen 31.
 — in Acidylzellulosemassen 590.
 Färbbarkeit, Erhöhung der — von Gebilden aus Acetylzellulose 604.
 Färben von Nitrozellulose 4.
 Färbungen, haltbare weiße auf Acetylzellulosegebilden 607.
 Faserbündel, offenes, ungezwirntes 804.
 Fasern, Zusatz von — zur Spinnlösung 231, 800, 1028.
 Federakkumulator 101.
 Fermente 333.
 Ferrisalze zu Fällbädern für Viskosefäden 495.
 Ferrocyanverbindungen zum Denitrieren 118.
 Ferroverbindungen zum Denitrieren 118.
 Fette 2, 17.
 Fettsäuren in sauren Fällbädern für Viskosefäden 450.
 —, Nachbehandeln mit niederen 989, 990.
 — zum Fälln von Acetatfäden 635.
 Fettsäuren zur Lösungsmittelwiedergewinnung 146, 172.
 Feuchtigkeit der Luft 37, 80, 82.
 Fibrin 640.
 Fibrinanthat 474.
 Fibrisin 656.
 Fibroin 208, 293, 655.
 Fibroinlösung, Fälln mittels Ammonsulfat 489.
 Fibrose 278.
 Filme, photographische 1061.
 Filter für Viskose 537, 543, 546, 553, 561.
 Filterhahn 705.
 Filterkörper, Entfernen von Rückständen von 706.
 Filterpresse für Kollodium 51.
 Filterstoffe 1060.
 Filterstoffwiedergewinnung 132, 180.
 Filtrieren von Kollodium 52, 53.
 — von Kupferoxydammoniakzelluloselösung 185.
 Filtriervorrichtungen 698—702, 705 bis 708, 810.
 Filzfabrikation 1061.
 Firnisse, Kunstseide aus 1.
 Fischgräten 656.
 Fischleim 19.
 Fitzkamm 921.
 Fixieren von Viskosefäden 569.
 Flachs 277.
 Flechtwaren 1059.
 Fleisch 656, 665.
 Fluorwasserstoffsäure zum Nachbehandeln 992.
 Flüssigkeitssäule, Spinnen in freihängender 759.
 Flüssigkeitsstrom auf den in das Trichterrohr gehenden Faden 835.
 Fördertuch mit Quetschwalzen 774.
 Formaldehyd bei der Reinigung von Zellulose 417.
 — beim Trockenspinnen 612.
 — in alkalischen Fällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 329, 334.
 — und Natriumnitrit zum Denitrieren 30.
 — zum Denitrieren 117.
 — zum Unlöslichmachen von Fäden aus Eiweißstoffen 640, 641, 649, 651, 652, 659, 662, 667.
 — zum Unlöslichmachen von Gelatine 364.
 Formamid 36, 624.
 Formen von Zellulosegebilden vor dem Koagulieren 780.
 Formiat in alkalischen Fällbädern 342.
 — in Nitrozellulosespinnlösungen 33.
 Formylzellulose 595, 610.

- Formylzellulose aus Abfällen der Kunstseidenherstellung 609.
 Früchte 665.
 Fungin 278.
 Furnierholz, Spulen aus wasserfest verleimtem 895.
 Futterstoffe 1058.
- G**allertmassen, pflanzliche 644.
 Garnwinde 569.
 Gasblasen, Entfernen von — aus Fäden 855.
 Gasbläschen in Fäden 36.
 Gase, alkalisch wirkende, zum Fixieren von Beschwerungssalzen 977, 979.
 —, inerte, zur Behandlung von Zellulose 40.
 —, saure oder erwärmte, zum Verspinnen von Kupferoxydammoniakzelluloselösung 199.
 Gasentwicklung im Faden 854, 857.
 — zum Verdicken 976.
 Gaze 1059.
 Gefrierenlassen des Wassers vor dem Trocknen 957.
 Gekräuselte Fäden 800.
 — Gewebe 1003.
 Gelatine, Fäden aus 638, 650, 653, 662.
 — in Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 226.
 — in Nitrozellulosemassen 35.
 — und Trinitrozellulose 17.
 — zu Chlorzinkzelluloselösungen 364, 366.
 Gelatinegebilde, grobhaarähnliches 1003.
 Gelose 644.
 Gepreßtes Kunsthaar 1008.
 Gerbstoffe 2.
 —, natürliche in Fällbädern für Viskosefäden 507.
 —, synthetische, zum Nachbehandeln von Zelluloseätherseide 619.
 Gewebenachahmungen 1018—1020.
 Gewellte Fäden 764, 1035.
 Gießen von Geweben 2.
 Glanzlose Fäden 974.
 Glanzverminderung 1060.
 Gliadin 667.
 Gluten 663.
 — zu Pflanzengallerte 644.
 Glühlampenfäden 2.
 Glühstrümpfe 1061.
 Glykolsaure Salze 326.
 Glykolsäure 265.
 — zum Füllen von Viskosefäden 452.
 Glykose 17.
 — in alkalischen Fällbädern für Kupferseide 320, 322, 328, 329.
 — in sauren Fällbädern für Kupferseide 313.
- Glykose in sauren Fällbädern für Viskosefäden 450, 466, 473, 529.
 — zu Viskose 384, 472.
 — zum Reduzieren polysulfidhaltiger Sulfidlösungen 574.
 Glycerin 17, 19, 59, 96, 156, 182, 201 bis 203.
 — in alkalischen Fällbädern für Acetatfäden 618.
 — in alkalischen Fällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 320, 322, 328.
 — in Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 226.
 — in Natriumbisulfatfällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 328.
 — in sauren Fällbädern für Viskosefäden 450, 529.
 — zu Pflanzengallerte 644.
 — zu Viskose 384.
 — zum Appretieren 37, 980.
 — zum Füllen von Zelluloseäthern 598.
 — zum Fällwasser 238.
 — zum Kolloidum 138.
 — zum Nachbehandeln von Viskosefäden 535.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung 177.
 Glycerinester aromatischer Kohlen-säuren 1010.
 Glycerinhaltige Kochsalzlösung zu Kupferoxydammoniakzelluloselösung 308.
 Glycerinphosphorsäure 965.
 Glycerinschwefelsäure 312, 317, 965.
 Gold 975.
 Gold-Iridium 732.
 Grasige Pflanzenteile 665.
 Grègefaden 782.
 Guajakol 650.
 Guanidin und Guanidinderivate zu Viskose 396.
 — zum Lösen von Zellulose 697.
 Gum silk 364.
 Gummi arabicum 268.
 —, Kunstseide aus 1.
 Gummiarten zum Haltbarmachen von Kupferoxydammoniaklösung 266.
 Gummiharz 32.
 Gummilack 17.
 Gummilösung 29, 31.
 Guttapercha 19.
- H**aar, künstliches 1003—1005, 1008 bis 1010.
 —, künstliches, flach gepreßtes 1008.
 Haarersatz 626.
 Hahn zum Regeln des Viskosezuflusses 537.

- Halogenkohlenwasserstoffe bei der Lösungsmittelwiedergewinnung 155.
Halogenvinyl, Polymerisationsprodukte von 666.
Haloidsalze zum Lösen von Zellulose 688.
Hanf 277.
Hanfbast, künstlicher 1010, 1013.
Harnstoff und Harnstoffderivate zu Viskose 396.
Harnstoffe, alkylierte 611.
—, flüssige aliphatische 611.
— zum Fällen von Zelluloseäthern 598.
Hartgummi 544.
Härten von Nitrozellulosefäden in Schwefelsäure 31.
Härtungsmittel im Fällbad für Viskosefäden 510.
Harze, Kunstseide aus 1.
Haspel 12, 909—918.
—, Antriebsvorrichtung 916—918.
—, pendelnd horizontal bewegter 874.
—, Spinnen auf 85.
—, Spinnen auf gemeinsamen — aus mehreren Spinnvorrichtungen 792.
Haspeltorrichtungen 882—884, 909.
Hausenblase, Fäden aus 638.
Hautfibroin 657.
Hedychium coronarium 673.
Heraussaugen von Nitrozellulosefäden 58.
Hexbiosen 285.
Hexosen 285.
Hilfsregler 102.
Hilfsverteiler 73, 92.
Hohlfäden 557, 636, 796, 849—857.
— mit einem oder mehreren Kernen 849.
— mit vielen kleinen selbständigen Hohlräumen 852—854.
Hohlpulpen, durchlochete 121, 139.
Holz 277.
Holzgeist 24, 27, 29, 30.
Holzstoff 413.
Holzzellstoff, Kochen unter Druck mit kohlen-sauren, ätzenden oder Schwefelalkalien 670.
Honig 17.
Hopfenranke 257, 367.
Hutfabrikation, Bänder für 1009.
Hutfurnituren 1060.
Hutlützen 1060.
Hydraoxzellulose 423.
Hydratieren aufzulösender Zellulose und Bleichen 362—363.
—, schwaches — von Zellulose 1031 bis 1034.
Hydratierung aufzulösender Zellulose 255, 362—363.
Hydratisierte Derivate 371.
Hydratwasserentziehung bei der Koagulation 334.
Hydride 408.
Hydrochinon 474.
Hydrosulfieren gelösten Zelluloseacetats 626.
Hydrolysiertgemisch zellulosehaltiger Stoffe 507.
Hydrosulfit NF konz. 301.
Hydroxylamin 117, 182.
Hydrozellulose 365, 366.
Idealseide 1061.
Imidgruppen, Körper mit — zu Viskose 395.
Induktionsströme zum Elektrolysieren von Spinnmassen 665.
Invertzucker 268.
— zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 289.
Ionenkonzentration 491.
Irisierende Stoffe in Kunstfäden 975.
Isländisches Moos 496, 533.
Jodide 316.
Jute 277.
Kaffein 3.
Kalilauge, Nachbehandeln mit 312.
Kaliumacetat 46.
Kaliumsalzlösung zum Auswaschen von Nitroseide 153.
Kaliumzinkat zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösung 1005.
Kalkmilch und Natronlauge als Fällmittel für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 327.
Kalziumchlorid 17, 45.
— als Fällmittel 36.
— bei Ammoniakwiedergewinnung 359.
— zum Appretieren 37.
— zum Binden von Alkohol 152, 155, 157.
— zum Fällen von Acetatfäden 636.
— zum Unverbrennlichmachen 17.
Kalziumkarbid und Natrium oder Mangankarbid zum Trocknen 142.
Kalziummonosulfür zum Denitrieren 14.
Kalziumphosphat in Albuminfäden 640.
Kalziumrhodanid als Lösungsmittel für Zellulose 637.
Kalziumsaccharat 317.
Kalziumsulfhydrat zum Denitrieren 14.
Kammgarnstoffe 1057, 1058.
Kampfer 117, 126.
Kampfer-Alkohollösungen zum Lösen von Kollodiumwolle 45.
Kampferöl zum Fällen von Zelluloseesterlösungen 589.

- Kapokfaser 672.
 —, nitrierte 672.
 Kappenspindeln 615.
 Karamel 489.
 Karbaminsäureester des α · α -Dichlorisopropylalkohols zum Lösen von Zellulose 697.
 Karbolsäure 20.
 — zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 182.
 Karrageenmoos 496.
 Karraghin 644.
 Kartoffelsirup 288.
 Kartonnagenindustrie 1060.
 Kartuschen aus Viskoseseide 1059.
 Kaseid 656.
 Kasein, Fäden aus — 640, 646—651, 656, 661, 665.
 —, Fäden aus — und Viskose 647.
 —, Fäden aus — und Zelluloselösungen 647.
 Katalysator 394.
 Kautschuk 1, 29.
 — vulkanisierter 966, 967.
 — zum Nachbehandeln 972.
 Kautschukgel 668.
 Kautschuklatex 668.
 Kautschuklösung 29, 31, 118, 668.
 Kerne, Fäden mit 849.
 Kerzenfilter 702, 707, 810.
 Ketonbisulfite 469, 493.
 Ketone in Fällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 328.
 Kettseide 1059.
 Kieselsäure zum Schwerverbrennlichmachen 26.
 Kleber 17, 659.
 Knochenfaser 654.
 Knopfüberzüge 1061.
 Knötchenentfernung 957.
 Koaguliermittel, s. Erstarrungsflüssigkeiten.
 Koagulierung, oberflächliche von Viskosefäden durch Hitze 494.
 Kobaltosalze zum Denitrieren 118.
 Kocher für Viskose 373, 383.
 Kochsalzbad zum Fällen von Viskosefäden 535.
 Kohle zur Lösungsmittelwiedergewinnung 173, 174.
 Kohlenhydrate im Fällbad für Viskose 450, 451, 473.
 — zu Kupferoxydammoniakzelluloselösung 281, 284—287.
 — zum Haltbarmachen von Kupferoxydammoniaklösung 266, 281, 285, 286, 287, 302.
 Kohlensäure in Kolloidum 36.
 — zum Fällen von Viskosefäden 475.
 — zum Reinigen von Viskose 377.
 Kohlensäure zum Trockenspinnen 625.
 Kohlenstoffoxydisulfid 401.
 Kohlenwasserstoffe bei der Sulfidierung 536.
 —, flüssige, als Erstarrungsflüssigkeit 24.
 —, Sulfosäuren hydrierter aromatischer 506.
 — und Schwefelsäure zur Lösungsmittelwiedergewinnung 172.
 Kolloidumwolle, Erhitzen mit Wasser, Säuren oder sauren Salzen 127.
 Kolloidiumzufluß, selbsttätiges Regeln des 65.
 Kolloide, anorganische zur Löselauge für Xanthogenat 532.
 —, durch Fermente abgebaute 333.
 Kolloidmühle 408, 413.
 Kompression von Viskosefäden 490.
 Kompressionskühlmaschinen 149, 154.
 Komprimieren bei Lösungsmittelwiedergewinnung 148—149, 154.
 — in Seifenlösung 20.
 — von Kolloidum 59.
 Kondensationsprodukte aus Aldehyden oder Ketonen und Sulfosäuren aromatischer oder hydrierter aromatischer Kohlenwasserstoffe 506.
 Kondensationsprodukte aus Aldosen mit z. B. Cyanamid zu Viskoselösung 396.
 — aus Phenolen, Aldehyden und Sulfiten 469, 493.
 — aus Phenolen und Aldehyden zu Viskose 470, 506.
 — aus Phenolen und Formaldehyd zu Spinndüsen 740—741.
 — aus Phenolen und Holz 506.
 — aus Phenolen und Ketonen 506.
 — aus Phenolen und Ketosen oder Aldosen 506.
 Konfetti 382.
 Koniferenabkochungen 496, 500.
 Kontaktstoffe, Aufhebung der Säurewirkung der — bei der Acetylierung von Zellulose 603, 604.
 Kontinuierliches Verfahren 188, 323, 526, 778.
 Kontrollvorrichtung für Spinnlösungszufuhr 565.
 Kopal 21.
 Kork 277.
 Korobben 526.
 Kotonisierte Faser 257.
 Krawattenstoffe 1058.
 Kräuseln von Kunstseide 988.
 — von Stapelfaser 1043, 1055.
 — von Zelluloseacetatfäden 1035.
 Kreislauf der Fällflüssigkeit 754, 775.
 — der Lösungsmitteldämpfe 158, 633.

- Krepp 1003.
 Kresole 169—171.
 Kristalle aus Ammoniakgas und Kupfersalzlösungen 294.
 Kühlen beim Sulfidieren 388.
 Kühlung bei der Lösungsmittelwiedergewinnung 140, 148, 158, 162, 165, 175.
 Kunstharze zu Viskose 471.
 Kunststroh 1010, 1012—1015, 1060.
 —, Aufwickelvorrichtung 877.
 —, Mattieren 1014.
 Kupfer, Hydratisierung 269.
 —, metallisches, beim Auflösen von Zellulose in Kupferoxydammoniak 256.
 —, molekular verteiltes, durch Reduktionsmittel gefällt 272, 306.
 —, Niederschlagen von — auf Fäden 355.
 Kupferarme Gebilde 320.
 Kupferchlorür 224.
 Kupferchlorürammoniakzellulose-Seidelösung 664.
 Kupferhaltige Zellulosegebilde, Verändern der Farbe 997.
 Kupferhydroxyd 277, 284.
 —, in Kupferoxydammoniaklösung gebildet 307.
 — zu ammoniakgetränkter Zellulose 298.
 Kupferhydroxydzellulose 268—270, 302.
 Kupferkarbonat 186, 203.
 — in alkalischen Fällbädern 343.
 Kupferlösung, ammoniakalische, zum Vorbehandeln zu nitrierender Zellulose 22, 24.
 Kupferoxychlorid 292.
 Kupferoxydammoniak, Dialysieren 261, 262.
 —, kristallisierbares und kolloidales 261, 262, 313.
 — verschiedener Konzentration auf Zellulose 279.
 Kupferoxydammoniaklösung, Herstellung im Kreislauf 263.
 —, Herstellung von 184, 204, 260—267, 272—274.
 —, Herstellung von—bei niedriger Temperatur 260, 265.
 Kupferoxydammoniakzelluloselösung, ammoniakarme 199, 280, 281, 283, 296, 299, 310.
 —, Fäden aus 182—361.
 —, Fällen durch alkalische Mittel 316 bis 345, 489.
 —, Fällen durch saure Mittel 311 bis 315.
 —, Herstellung von 184, 275—311.
 Kupferoxydammoniakzelluloselösung, Vorrichtung zur Herstellung von 275, 290.
 Kupferoxyhydrat, ammoniakalisches, Vorrichtung zur Herstellung 263, 266.
 Kupferoxydul 274.
 Kupferoxydul- und Kupferoxydammoniak 300.
 Kupfersalz, festes, trocknes 296.
 Kupfersalze, basische 264, 283.
 —, haltbare für Kupferoxydammoniakzelluloselösung 264.
 Kupferseide und Zelluloseacetatseide 626.
 Kupfersulfat, basisches 298.
 Kupfersulfoacetat 305.
 Kupfertetraminsalze 227, 230.
 Kuproid 274.
 Kuprosalze, Lösungsmittel für 120.
 Kuproverbindungen zum Denitrieren 118—120.
 Laktose in alkalischen Fällbädern 320, 322.
 Laminaria 533.
 Lanthansalze zum Beschweren 977.
 Lederwarenindustrie 1060.
 Leim 2.
 —, abgebauter, in alkalischen Fällbädern 333.
 —, tierischer, Fäden aus 638.
 Leinöl 22.
 —, manganhaltiges 17.
 Leuchterden 117.
 Leukoverbindungen zu Viskose 523.
 Lichenin 644.
 Lignin 278.
 Ligninsulfosäuren 511.
 Lignoglutin 667.
 Lignoproteine 667.
 Ligroin 192.
 Lithiumhydroxyd in Fällbädern 330.
 Lösungsmittel als Druckmittel 59.
 — als Fällmittel 60.
 —, Abdestillieren aus Nitrozelluloselösungen 50.
 — bei der Alkalizelluloseherstellung 408.
 — bei der Sulfidierung 407.
 — bei der Zellulosereinigung 417.
 — beim Denitrieren 118, 120, 121.
 —, flüchtige, neben nichtflüchtigen, in Zelluloseesterspinnlösungen 612, 624.
 — im Fällbad für Zelluloseacetatfäden 601, 615.
 — für Nitrozellulose 45—51.
 — für Nitrozellulose beim Denitrieren 118, 120, 121.
 — für Zellulose 679—693, 695—697.

- Lösungsmittel für Zelluloseester 589 bis 597, 601, 611—613, 614, 616, 621, 623—626.
 —, nichtflüchtige organische 36.
 —, Wiedergewinnen 8, 22, 30, 51, 132 bis 179, 365.
 Lösungsmitteldampf bei der Fadenbildung 60.
 Lösungsmittelwiedergewinnung aus aufgespulten Fäden 139, 150, 153.
 — durch Kühlen 140, 148, 158, 162, 165, 175.
 Luft, Behandeln aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen gefällter Fäden mit — auf gelochten Zylindern 352.
 —, Zuführung gekühlter, beim Spinnen 82.
 — zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 296.
 Luftabschluß bei Herstellung von Kupferseide 232.
 — bei der Xanthogenatherstellung 382.
 Luftfreimachen von Spinnvorrichtungen 602.
 Luftleere bei der Alkalizelluloseherstellung 422.
 — bei der Viskosebehandlung 391.
 — bei der Viskoseherstellung 392, 400.
 Luftseide 852—857.
 Luftspitzen 1059.
 Luftstrecke beim Spinnen 88.
 Luftverdünnung beim Spinnen 93.
- M**agnesium-Aluminiumhypochlorit 35.
 Magnesiumbikarbonat 126.
 Magnesiumchlorid als Fällmittel 313.
 — bei der Lösungsmittelwiedergewinnung 155, 157.
 — zum Kollodium 16.
 Magnesiumresinat zu Spinnmassen 32.
 Magnesiumsalze beim Denitrieren 27.
 Magnesiumsalzlösung zum Auswaschen von Nitroseide 153.
 Magnesiumsulfat 449, 491, 530, 531.
 — beim Auswaschen 321.
 Magnesiumsulfhydrat und -sulfid zum Denitrieren 30.
 Maiskolbenzellulose 412.
 Manganchlorür zum Kollodium 16.
 Manganverbindungen zum Denitrieren 118.
 Mangansulfat zum Fällen von Viskosefäden 513.
 Mangeln von Kunstseide 984.
 Manilahanf 277.
 Mannit 266, 282.
 Mannose, d- 526.
 Maschinenstickerei 1059.
 Masse, plastische, zur Herstellung von Nitroseide 35.
- Matte Fäden 974.
 Maulbeerbaumbast, Kunstseide aus nitriertem 1.
 Meerwasser zum Fällen von Viskosefäden 523.
 Mehrfarbige Gewebe, Fäden für 975.
 Mehrweghahn 275.
 Melasse 267, 513.
 — in sauren Fällbädern 313.
 Menstruationsbinden 1061.
 Mercerisieren von Kunstseide 985, 989.
 Mercaptane zu Spinnlösungen 475.
 Metallammoniakzelluloselösungen, ammoniakarme 283.
 Metallähnliche Fäden 355.
 Metallchloride bei der Lösungsmittelwiedergewinnung 155.
 Metallchloridlösung, alkoholische, zum Lösen von Nitrozellulose 45.
 Metallchlorüre, reduzierende, zum Kollodium 3, 16.
 Metallchloride zum Kollodium 16
 Metallionen niedriger Valenz 497.
 Metallkarbonatlösungen, ammoniakalische zum Lösen von Seide 663.
 Metalloxyanverbindungen zum Denitrieren 118.
 Metalloxyde, Entfernen aus Viskose 414.
 Metallpulver in Acidylzellulosemassen 590.
 Metallresinate zum Kollodium 32.
 Metallsalze in Fällbädern für Viskose 446, 492.
 — und Ammoniaksalze zum Fällen von Viskose 446.
 Metallsalzlösungen, Nachbehandeln von Viskosefäden mit 446.
 —, Regenerieren der — beim Denitrieren 118—120.
 — und Seife zum Nachbehandeln 970.
 — zum Nachbehandeln von Kunstfäden 970.
 Metallstaub in Kunstfäden 975.
 Metallsulfide zum Verhindern des Verklebens von Viskosefäden 446.
 Meteor 1060.
 Methanal 663.
 Methylal 48.
 Methylalkohol 23, 24, 27, 30, 45, 51, 59, 128.
 — beim Naßspinnen 51.
 — und Benzol 53.
 — zum Fällen von Chlorzinkzelluloselösungen 364, 366.
 — zum Fällen von Viskosefäden 447.
 Methyläthylketon 39.
 Methylschwefelsäure 965.
 Methylzyklohexanon 621.
 Milch 665.
 Milchsäure Salze 326.

- Milchsäure und Derivate 158.
 — zum Fällen von Viskosefäden 452, 465, 467.
 Milchzucker 266.
 Mineralöle 31.
 Mineralölsulfosäuren und Kondensationsprodukte 507.
 Mineralsäuren zum Fällen von Viskosefäden 453, 456, 459, 466, 469, 473, 477, 497, 498, 501, 520, 522, 526.
 — zum Kollodium 16.
 Mischfäden 23, 89, 614.
 Mischmaschinen zur Herstellung von Alkalzellulose 429.
 Molekülverbindungen aus z. B. Alkoholen und Phenolen 177.
 Molybdän für Spinn Düsen 565, 748.
 Molybdänsäure Salze 666.
 Monomethylamin 282.
 Monosaccharide zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 288.
 Morphin 3.
 Motor, gekühlter 817.
 Mousseline de soie 1059.
 Müllerbad I 448, 510.
 — II 454.
 Müllergaze 1060.
- N**achbehandeln aus Chlorzinkzelluloselösungen gefällter Fäden mit mercerisierend wirkenden Mitteln 367.
 — künstlichen Haars mit Chlorzinklösung 1005.
 — künstlichen Roßhaars mit Natronlauge 998—1000.
 — von Kunstfäden 959—994.
 — von Kupferseide 345—355.
 — von Nitroseide 128.
 — von Viskosefäden 455, 584.
 Nadeln, Fadenbildung durch Abschleudern der Spinnlösung von 844.
 Naphtha 162.
 Naphthalin zu Kollodium 31, 126.
 Naphthensäuren und ihre Salze zu Viskoselösung 514.
 Naphthylamin zum Fällen von Viskosefäden 448.
 Naßspinnen 16, 51, 57, 107, 117, 155.
 — an Schwämmen 16.
 Natriumacetat 22.
 — und Essigsäure zum Fällen von Viskoselösungen 489.
 Natriumamid 408.
 Natriumammoniumsulfid 494.
 Natriumarsenit in alkalischen Fällbädern 342.
 Natriumbikarbonat zum Fällen von Viskosefäden 447.
 Natriumbisulfat zum Fällen von Viskose 445, 449, 458, 513.
- Natriumbisulfid zum Bleichen 20.
 — zum Fällen von Viskosefäden 470, 508, 513.
 — zum Fixieren von Viskosefäden 447, 473.
 — zum Unlöslichmachen von Gelatinefäden 662.
 Natriumchlorid 155.
 Natriumformiat in alkalischen Fällbädern 342.
 — zum Fällen von Viskose 525.
 — zum Kollodium 31, 33.
 Natriumglyzerinat 966.
 Natriumglykolat als Fällmittel 326.
 Natriumkarbonat zum Fällen von Kupferseide 204.
 Natriumlaktat 45.
 — als Fällmittel 326.
 Natriumnitrit und Formaldehyd zum Denitrieren 30.
 Natriumsulfat zum Fällen von Acetatfäden 625.
 Natriumsulfid in alkalischen Fällbädern 342.
 — in der Löselauge für Zellulosexanthogenat 447.
 Natriumsulfhydrat und -sulfid zum Denitrieren 30.
 Natriumthiosulfat zu Zelluloselösungen 696.
 Natriumzinkat zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 1005.
 Natron, rizinusölsaures 226.
 —, rizinusölsulfosaures 205.
 Natronabfallaugen, Reinigen durch Dialyse 435.
 —, Reinigen durch Elektrolyse 437.
 —, Reinigen durch Elektrosmose 440.
 —, Reinigen durch Metallsalze 434.
 —, Reinigen durch Oxydation 436, 437, 439.
 Natronlauge in Kupferoxydammoniakzelluloselösung 292, 295.
 —, mit Salz gesättigte, zum Fällen von Acetatfäden 617, 618.
 —, salzhaltige, zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 318, 327.
 — zum Nachbehandeln sauer gefällter Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 187, 197, 199, 312, 313.
 Nebelartig zerstäubte Fällmittel für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 200.
 Nebenprodukte, organische, von der Fällung von Viskosefäden 523.
 Neradol 506.
 Neuschappe 955.
 Neutralisieren von Kunstfäden 19.

- Neutralisieren von Viskoselösungen 447.
 Neutralisierungsmittel zu Nitrozelluloselösung 42.
 Nicht denitrierte Kunstseide, Verweben 37.
 Nickelhydroxydul 277.
 Nickeloxydulammoniak 277.
 Nickelsalze zum Beschweren 978.
 Nikotin 3.
 Nitrate und Nitrite, Schwermetall- 505.
 — zum Lösen von Zellulose 690.
 Nitrierabfallsäure, Wiederbrauchbar machen 179.
 Nitrierapparat 18.
 Nitrieren von Zellulose 19, 28.
 —, Vorbehandlung mit Alkalien 18.
 —, Vorbehandlung mit Kupferoxydammoniak 22.
 Nitriertemperatur 28.
 Nitrit in alkalischen Fällbädern 341.
 Nitrite in ammoniakalischer Kupferlösung 261.
 Nitroacetylzellulose, Fäden aus 591, 626, 635.
 Nitrobenzol 45.
 Nitroglykose 2.
 Nitrolyzerin 45.
 Nitrokohlenwasserstoffe bei der Lösungsmittelwiedergewinnung 155, 158.
 Nitroside, Erhitzen mit Wasser, Säuren oder sauren Salzen 128.
 Nitrosobasen, organische, in Fällbädern für Viskosefäden 487, 488.
 Nitro- und Acetylzellulose, Fäden aus 35, 38, 39, 592.
 — und Alkylzellulose 38.
 Nitrozellulose, Behandlung zu verspinnender 41—44.
 —, Erhöhung der Löslichkeit 44.
 —, Herstellung 35, 41.
 —, Kochen mit verdünnten Säuren 44.
 —, Kunstseide aus 2—181.
 —, mit Hyposulfit entchlorte 35.
 —, Reinigen von 15.
 —, schwache alkalische 42.
 —, wasserhaltige 13, 41—44, 107.
 Nitrozellulosehydrat 13, 42.
 Nitrozelluloselösung, Destillieren von 50.
 Nockenleiste zwischen Fadenführer und Aufwickelvorrichtung 875.
- berflächenspannung herabsetzende Stoffe zu Viskose 515.
 Öffnungen, einstellbare, zum Überziehen von Fäden mit Viskose 1002.
 Öl und Lösungsmitteldämpfe 146, 176.
 Öle, ätherische, und Kollodium 47.
 —, Pflanzen-, als Fällungsmittel für Nitrozellulosefäden 31.
- Öle, pflanzliche, zum Fällen von Acetatseide u. a. m. 635.
 —, stark oxydierte trocknende, zu Spinnmassen 32.
 —, vulkanisierte trocknende 27.
 — zum Fällen von Äther- und Esterseide 635.
 Ölemulsionen zur Lösungsmittelwiedergewinnung 162.
 Ölsäure zur Lösungsmittelwiedergewinnung 146.
 — zu Zelluloseesterlösungen 589, 608.
 Oktylalkohol 152.
 Oleate zu Viskose 515.
 Olein 192.
 Olivenöl zu Kupferoxydammoniak-Zelluloselösungen 204.
 Ondine 1020.
 Organische Stoffe zum Haltbarmachen von Kupferoxydammoniaklösung 265.
 Ossein 653, 654, 663.
 Oxalate 297, 316.
 Oxalsäure 182, 297.
 —, Nachbehandeln mit 312.
 Oxydationsmittel zum Behandeln von Viskose 385.
 — zu sauren Fällbädern für Viskosefäden 503.
 Oxydationsprodukt der Alkalizellulose 393, 394.
 Oxydulverbindungen zum Denitrieren 118—120.
 Oxykarbonsäuren zum Fällen von Viskosefäden 465.
 Oxymethylester der schwefligen Säure 492.
 Oxymethylnaphthalinsulfosäure und Kondensationsprodukte davon 506.
 Oxysäuren, organische, zur Herstellung ammoniakalischer Kupferlösungen 265.
 —, Salze von — als Fällmittel 326.
 Ozon zum Vorbehandeln aufzulösender Zellulose 256.
- P**almöl 59.
 Papiermaulbeerbaumzellulose, nitrierte 34.
 Papierschnitzel 383.
 Paraffine zum Fällen von Zelluloseesterlösungen 589.
 Parakasein 651.
 Paraldehyd 49.
 Parazellulose 278.
 Patronenhülsen 1059.
 Pektin 644.
 Pelzwerk, künstliches 1059.
 Pentachloräthan 597.
 Pentamethylendisulfid 661.
 Pergamentieren von Zellulosefäden 959.

- Perlmutterglänzende Stoffe in Kunstfäden 975.
 Persalze zum Haltbarmachen von Kupferoxydammoniaklösung 265.
 Persäuren, Persalze 503.
 Perücken 1060.
 Petroläther 139.
 — zum Fällen von Kollodiumfäden 117.
 Petroleum als Erstarrungsflüssigkeit 24.
 — zum Fällen von Zelluloseacetatfäden 590.
 — zum Nachbehandeln von Kunstfäden 967.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung 176.
 Petroleumnaphtha zum Fällen von Zelluloseesterlösungen 589.
 Pflanzengallerte 644.
 Pflanzenteile, schleimige Auszüge aus 496.
 Pflanzenschleime zur Löselauge für Zellulosexanthogenat 533.
 Phenol als Fällmittel 36.
 Phenolaldehydharze zum Nachbehandeln von Kunstfäden 971.
 Phenole, hydrierte 171.
 — und Kasein, Fäden aus 650.
 — zum Lösen von Zelluloseformiat 595.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung 168—171, 173.
 — zu Zelluloseesterlösungen 589.
 Phenolformaldehydkondensationsprodukte zu Spinndüsen 740, 741.
 Phosphoressigsäure 683.
 Phosphorige Säure zum Fällen von Viskosefäden 536.
 Phosphorsäure, Salzsäure und Schwefelsäure zum Lösen von Zellulose 693.
 — und Ameisensäure zum Lösen von Zellulose 684.
 — und Essigsäure zum Lösen von Zellulose 683.
 — und Salzsäure zum Lösen von Zellulose 692.
 — und Schwefelsäure zum Lösen von Zellulose 681.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung 139.
 Phosphorwolframsäure zum Nachbehandeln von Zelluloseätherseide 619.
 Phtalsäure 608.
 Plastische Masse, Fäden aus 35.
 Platin 544, 735.
 Plüschgewebe 1059.
 Polster 1060.
 Polstermaterial 650.
 Polyfettsäuren zu Spinnmassen 34.
 Polysaccharide 285.
 Polysulfide, organische, zu Spinnlösungen 475.
 Polysulfurete zum Denitrieren 14.
 Posamenten 1058.
 Präzisionsspinnmaschine 65.
 Presse zur Alkalizelluloseherstellung 418, 423, 427.
 Preßlauge von der Alkalizelluloseherstellung, Überführen in Bisulfitspinnbad 508.
 Preßorgan zur Zuführung der Spinnlösung, gleichmäßig bewegtes 765.
 Propylalkohol 152.
 Proteinkörper in Nitrozellulosemassen 35.
 Proteinstoffe 640.
 Pseudolösungen von Zellulose 686.
 Pumpe, ausschwingbare 546.
 — für Kollodium 101.
 — für Viskose 546, 548, 550, 553, 558.
 — mit gesteuertem Verteiler 70.
 Pumpen für die Spinnlösung 546 bis 553, 713—716, 718—724.
 Putzmacherei 1060.
 Putzwollfabrikation 1061.
 Pyridin zum Fällen von Viskosefäden 448.
 Pyridinbasen zum Lösen von Zelluloseacetat 599, 623.
 Pyrophosphate zum Zersetzen von Kasein 661.
 Pyrotechnik 1059.
 Pyroxylin, Reinigen 15.
 Pyroxylinhydrat 13.
Quadratwurzelgesetz 460, 462, 471.
 Quecksilberchlorid 19.
 Quecksilberoxydulverbindungen zum Denitrieren 118.
 Quellungsmittel für Nitrozellulose beim Denitrieren 118—121.
 — im Fällbad für Zelluloseacetatfäden 601, 615.
Raffinieren von Zellulose 416.
 Regeln des Kollodiumzuflusses 66, 99, 105.
 Regelvorrichtung für konstanten Flüssigkeitszufluß 556.
 —, selbsttätige 712.
 — zum Fördern von Viskose 718.
 Reifegrad von Viskose, Bestimmen 417.
 Reifen von Viskose, Umgehen des 447.
 Reifenlassen der Alkalizellulose 433, s. auch Alkalizellulose.
 Reifmachen von Viskose 376, 378, 389, 400.
 Reinigen von Nitrozellulose 15.
 — von Spinndüsen 737, 748.
 — von Spinnvorrichtungen für Kupferseide 217—219, 224.

- Reinigen von Zellulosepräparaten durch Behandeln mit elektrischem Strom zwischen Diaphragmen 694.
 Reisschalen 285.
 Resinate zu Kollodium oder Viskose 32.
 — zu Viskose 515, 536.
 Resorcin 595.
 Rhodanate im Fällbad für Acetatfäden 615.
 — zum Lösen von Zellulose 695.
 Rhodanide zum Lösen von Zellulose 687, 689.
 Rhodanverbindungen zu Viskose 396.
 Riemen aus Zelluloseacetat 1060.
 Ringdüse, kegelförmige 763.
 Rinne zur Fadenaufnahme 206, 782.
 Rinnenanordnung 239, 241.
 Rinnen zum Absäuern 215—217.
 Risinusöl 17, 19, 29, 35, 59.
 —, acetyliertes, zu Zelluloseesterlösungen 589.
 Rizinusölsulfosäure zu Zellulosexanthogenat 525.
 Rizinusölsulfosaures Natron zu Kupferoxydammoniakzelluloselösung 226.
 — — zum Waschen von Kupferseide 205.
 Rohrzucker 289.
 — in alkalischen Fällbädern für Acetatfäden 618.
 — zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 289.
 — zum Füllen von Zelluloseäthern 598.
 Rohseideartige Kunstseide 1010.
 Rohseide, Flüssigkeit vom Abkochen der 204.
 Rolle, gerillte, zwischen den Fällbädern 541.
 Rosanilin 3.
 Roßhaar, künstliches 313, 659, 994 bis 1003, 1009, 1060.
 —, künstliches, Füllen durch Alkalien 997—1001.
 —, künstliches, mit Bläschen durchsetztes 1009.
 Röhrenförmige Gebilde 1012, 1013.
 Rubidiumhydroxyd in Fällbädern 330.
- Saccharose** in alkalischen Fällbädern 320, 322.
 Salep 533.
 Salizin 3.
 Salpeter in alkalischen Fällbädern 341.
 Salpetersäure in Fällbädern für Viskosefäden 498.
 — zum Denitrieren 4, 14.
 — zum Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 205.
 — zum Kollodium 31.
 Salze in Acetylzellulosemassen 606.
 Salze in alkalischen Fällbädern 264, 327, 329.
 —, neutrale, zu Alkalizellulose vor dem Sulfidieren 499.
 —, neutrale zum Lösen von Zellulose 688.
 —, neutrale, zu Viskoselösung 498.
 —, saure zu Alkalizelluloseexanthogenat 395.
 —, saure, zum Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 205.
 —, verbrennungshindernde, in Kunstfäden 22, 29, 126, 993, 994.
 — zum Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 205.
 Salzlösungen, ammoniakabsorbierende, zum Waschen von Kupferseide 316.
 —, Herstellung von Fäden aus Lösungen von Zellulose in konzentrierten 637.
 — hoher Dichte zum Füllen von Viskosefäden 468.
 —, neutrale, zum Füllen von Viskosefäden 485, 498.
 —, saure, zum Füllen von Viskose 443, 444, 447, 449—452, 454, 457—464, 467—468, 471—473, 487—490, 505, 523, 526, 536.
 —, starke, zum Füllen von Acidylzellulosen 606.
 —, unterkühlte, wässrige, zur Lösungsmittelwiedergewinnung 177.
 —, verdünnte alkoholische, als Lösungsmittel für Nitrozellulose 45, 48.
 Salzsäure, Schwefelsäure und Phosphorsäure zum Lösen von Zellulose 693.
 — und Kontaktstoffe zum Lösen von Zellulose 698.
 — und Phosphorsäure zum Lösen von Zellulose 692, 695.
 — und Schwefelsäure zum Lösen von Zellulose 691, 692, 693, 695.
 — zum Füllen von Viskosefäden 484.
 — zum Lösen von Zellulose 686.
 Samt 1059.
 Sandarak 21.
 Sauerstoff in Kupferoxydammoniaklösung 265.
 Sauerstoff-Haloidsäuren, Salze der — zum Lösen von Zellulose 690.
 Saure Mittel zum Füllen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 182, 185—187, 192, 197—200, 202, 205, 208, 311—316.
 Säure, Vorbehandeln von Zellulose mit 396—399, 411.
 Säuren, organische, zum Reinigen von Viskose 371.
 — zum Füllen von Viskosefäden 442, 443, 453, 456, 469, 488, 497, 501.

- Säuren zum Kollodium 16, 17.
 — zur Erhöhung der Löslichkeit von Nitrozellulose 44.
 Säureamide zu Viskose 395.
 Säurekonzentration: Fadenfeinheit bei Viskose 458—473, 530, 533.
 —: Spinnöffnung 468, 471.
 Säuretürme zur Lösungsmittelwiedergewinnung 150, 163, 165—167.
 Schappeartige Garne 501.
 Schauglas in Kollodiumleitung 65.
 Schaum, Encollage im 982.
 Schellack 1004.
 Schlamm, kupferhaltiger, Aufarbeitung 438, 439.
 Schlauchartige Zellulosehäute 857.
 Schlichten von Acetatseide 613.
 — von Kunstseide 983.
 Schleuder zur Herstellung von Stapelfaser 1049, 1053.
 Schleudern, Fadenbildung durch 841 bis 847.
 Schmalzöl 176.
 Schmälmittel. Nachbehandeln mit 990.
 Schmiervorrichtung, gemeinsame, für alle Lager 809.
 Schneiden von Fäden 58, 1026—1028.
 Schneidmaschinen zur Herstellung von Alkalizellulose 429.
 Schraubenförmige Wülste im Abzugsrohr 782.
 Schutzkolloide 496.
 Schwämme zum Naßspinnen 16.
 Schwefel, Wiedergewinnung 576, 578.
 Schwefelalkalien, Kochen von Holzstoff mit 670.
 Schwefelammonium zum Denitrieren 2.
 Schwefelausscheidung zur Verhinderung des Verklebens von Viskosefäden 472, 492, 529.
 Schwefelchlorid zum Nachbehandeln von Kunstfäden 970.
 Schwefeldioxyd als Lösungsmittel 57, 625.
 — zu Aceton-Kollodium 81, 143.
 — zum Trockenspinnen 625.
 Schwefelhaltige Körper zu Spinnlösungen 57, 311, 475.
 Schwefelhülle auf Viskosefäden 472, 492, 529.
 Schwefelkohlenstoff, Entfernen überschüssigen 415.
 —, Entfernen von — aus Viskose 372, 580.
 —, Unschädlichmachen des — in Abgasen 577, 578, 582.
 —, Wiedergewinnung 578, 580.
 — zum Fällen von Kollodiumfäden 117.
 — zum Kollodium 16.
 Schwefelsäure, 30—65 proz., zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 311.
 —, kalte 60—77 proz., zum Lösen von Zellulose 685.
 —, Lösungsmittel für Kollodiumwolle 45.
 — und Chloride zum Lösen von Zellulose 693.
 —, Salzsäure und Phosphorsäure zum Lösen von Zellulose 693, 695.
 — und Phosphorsäure zum Lösen von Zellulose 681.
 — und Salzsäure zum Lösen von Zellulose 691, 692, 693, 695.
 — zum Fällen von Nitrozellulosefäden 31, 111.
 — zum Plastischmachen von Zellulose 679.
 — zum Wiedergewinnen von Alkohol und Äther 137, 138, 151, 163—167, 172.
 Schwefelverbindungen, Wiedergewinnung 180.
 Schweflige Säure, Spinnen in 81.
 — — zum Reinigen von Viskose 381.
 Schwermetallsalze zum Regenerieren von Natronabfallaagen 434.
 Schwerverbrenlichmachen von Kunstseide 17, 19, 21, 29, 126, 993, 994.
 Schwimmer beim Lagern von Kollodium 16.
 — als Zuflußregler 709.
 Schwingungen des Spinntopfs, Vermeiden von 826.
 Seepflanzen, Fäden aus den gelatinösen Stoffen von 640.
 Seide 277, 284.
 —, Lösungen von — in Metallsalzen 663, 664.
 —, mit Alkalien und Schwefelkohlenstoff behandelte 664.
 —, Überziehen natürlicher 89, 90.
 Seidenabfälle 23, 205.
 —, Fäden aus 650, 663.
 — und Zellulose, Fäden aus 664.
 Seidenersatz aus nitriertem Maulbeerbambast und Kautschuk 1.
 — aus Stärke, Leim, Harzen, Gerbstoffen und Fetten 2.
 Seidenfibroin 656.
 Seidenleim 653.
 Seidenlösung 23.
 Seidenpapier zum Nitrieren 22.
 Seidenraupen, Fäden aus der gelatinösen Masse der 641.
 Seidenraupenpuppenöl 34.
 Seidenstroh 1060.
 Seidenxanthogenat 664.

- Seife und Metallsalzlösungen zum Nachbehandeln 970.
 Seifenbad vor dem Abspulen von Acetyllulosefäden 609.
 Seifenfirnis 35.
 Seifenlösungen zum Entschwefeln 575.
 Seifenwasser 20, 204.
 Seiher 544.
 Seil, endloses, als Fadenträger 780.
 Seitwärtsverschiebung der Fäden beim Aufwickeln 859—863, 909.
 Samen psyllii 533.
 Senföle zu Viskose 396.
 Sequoiaextrakt 534.
 Setin 1059.
 Siebe aus Zelluloseacetat 1060.
 Silbersulfid zum Denitrieren 116.
 Sirius 1060.
 Soie de France 21.
 Sortieren bewickelter Spulen 76.
 Spannung durch Traufenbäder 1030.
 Spatel, knetende 373.
 Speckstein, Spinddüse aus 737.
 Spindeln für Spinnmaschinen 636.
 Spinddüsen 2.
 —, Ausschalten 769.
 —, drehbare 83, 536, 539, 543, 544, 557, 558, 566, 749—752, 756, 768, 774, 776, 802.
 —, Herstellung und Bau 726—737, 739 bis 748.
 —, hin und her bewegte 799, 803.
 —, kreisförmig angeordnete 109, 152.
 — mit kantiger oder gewellter Öffnung 558, 764.
 — mit Öffnungen in Höhenzonen 747.
 — mit veränderlichen Öffnungen 727, 728.
 —, nichtmetallische 534, 737.
 —, Offenhalten durch hin und her bewegte Nadeln 557.
 —, Reinigung 737, 748, 772.
 —, sich drehende und kreisende 750, 808.
 —, Zuführung der Fällflüssigkeit in das Innere des Fadenbündels 739, 744, 747.
 Spindüsenträger, drehbarer, mit Absperreinrichtung 768.
 Spinnen in Ammoniakatmosphäre 17.
 — in sich drehende Flüssigkeit 83, 753 bis 777.
 — in unter Druck oder Vakuum stehenden Raum 774.
 — in überhitztem Dampf 17.
 — mittels elektrischer Entladungen 765.
 — ohne Kapillaren und Druck 226.
 — und Zwirnen, gleichzeitiges 113.
 — unter Mitreißen von Luft in das Fällbad 800.
 Spinnereiabfall zum Nitrieren 22.
 Spinnfasern, mit Kunstseide verzwirrt 26.
 Spinngefäß mit tiefer stehendem Hilfsbehälter 760.
 Spinnkopf mit auswechselbarem Einsatz 539.
 Spinnköpfe 543.
 Spinnlösung, allmähliches Aufhören der Zuführung der 820.
 —, Zuführung zu jedem Spinnkopf durch besondere Titerpumpe 246.
 Spinnmaschine mit kleinen Einzeltrögen 808.
 — mit Spulen und Zentrifugen 801.
 Spinnöffnungen 2.
 Spinn Schleuder mit zwei konzentrischen Schleudertöpfen 845—847.
 Spinntopf 558.
 — mit sich kreuzenden Fadenlagen 198.
 —, Stützen der im — angesammelten Fäden 877.
 —, Zentrifugen- 819, 822—827, 840.
 — zur Fadenaufsammlung 758.
 Spinntöpfe, sich drehende 83.
 Spinnrichter 211, 217—224, 251.
 Spinnverfahren und -vorrichtungen 749 bis 858.
 — und -vorrichtungen für Nitrozellulose 57—116.
 Spinnvorrichtung für Chlorzinkzelluloselösung 366.
 —, hin und her bewegte 803.
 Spinnvorrichtungen für Gelatine u. dgl. 638, 641, 662.
 — für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 185, 194, 198, 201, 203, 205, 208, 210—224, 227, 233, 239, 242 bis 253.
 — für Viskose 536—571.
 Spinnzentrifuge, auf und ab bewegte 814.
 Spinnzentrifugen 809—841.
 Spitzen 1059.
 Spritzdüse mit Schlitzöffnung 737, 764.
 Spritzvorgang, Unterbrechen des 1042.
 Spule zum Spannen von Kupferseide beim Trocknen 353.
 Spulen 889—891, 895—897, 902.
 —, ausdehbare 566.
 —, Auswechseln voller 866, 867, 892.
 —, Bauart von 129.
 —, bauchig bewickelte 793.
 — mit elastischen Flachringen 944.
 — mit gelochter Wandung 895, 897.
 — mit gewellter Oberfläche 890, 924.
 —, Reinigen und Polieren hohler 891.
 —, Sortieren bewickelter 76.
 Spulenanordnung 784.
 Spulenantrieb 903.
 Spulengewicklung, stufenförmige 772.

- Spulenrahmen zum Auswaschen 928.
 Spulenträger 889, 890, 897—903, 905.
 —, auswechselbare 793.
 Spulenzange 907.
 Spulvorrichtungen 871, 872.
 Stabilisieren von Acetylierungsgemischen 623.
 Stannoverbindungen zum Denitrieren 118.
 Stapelfaser 502, 510, 955, 1037—1055.
 —, Nachbehandeln mit Aldehyden 962.
 —, Verwendung 1062.
 Stauchen des Faserstranges 1045.
 Stärke 2.
 —, lösliche, zum Fällwasser 238.
 —, Lösungen von — in Schwefelsäure zu Fällbädern für Viskosefäden 517 bis 519.
 — zum Wiedergewinnen von Kupfer 358.
 Stärkezucker zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 288.
 Stearin 32.
 Steinnußspäne 526.
 Sthenosieren, Sthenoseseide 959—962.
 Stibioverbindungen zum Denitrieren 118.
 Stickereiuntergrund 1059.
 Stickstoffverbindungen, Regenerieren 118, 120, 121, 180.
 Strecken des verfestigten Fadens 541.
 —, stufenweises 208.
 — von Viskosefäden vor der Zentrifuge 567.
 Streckschicht und Fällschicht bei Acetatseide 599.
 Streckspinnen bei erst höherer, dann niedriger Temperatur 599, 601.
 — bei Viskose 457, 458, 467, 472, 500, 785.
 — in gasförmigem, langsam wirkendem Fällmittel 236.
 — mit einem Bade 203, 317.
 — mit zwei Flüssigkeitsströmen 210.
 — von Acetatseide 598, 600—602.
 — von Acetatseide aus einem Lösungsmittelgemisch, das verschieden rasch vom Fällbad aufgenommen wird 600.
 Streckspinnverfahren 26, 191—195, 202, 203, 236, 241, 245, 246, 250, 252, 310, 345, 365, 598, 781—783, 795, 798, 808.
 Streckvorrichtung 796.
 Strickhandschuhe 1059.
 Stroh 277.
 —, künstliches 737, 1012—1017, 1060.
 Strohhige Abfälle 304.
 Strumpfwaren 1059.
 Sulfate zum Lösen von Zellulose 690.
 Sulphydrate und Sulfide zum Entschwefeln von Viskosefäden 443.
 Sulphydrate zum Denitrieren 14, 30.
 Sulfide, organische, zu Spinnlösungen 475.
 —, Unschädlichmachen in Viskose durch Oxydation 415.
 — zum Denitrieren 30.
 Sulfidlösungen, Reduzieren polysulfidhaltiger 574.
 Sulfidverbindungen, Entfernen von — aus Viskose 380.
 Sulfin- oder Sulfonsäuren zu Spinnlösungen 475.
 Sulfit in alkalischen Fällbädern 342.
 Sulfite als Fällmittel 314.
 — zum Entschwefeln von Viskosefäden 443.
 Sulfitzellulose, an reiner Zellulose angereicherte 419.
 Sulfitzelluloseablauge 473, 510, 511, 514.
 Sulfoessigsäure 608.
 Sulfofettsäuren 47.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung 172.
 Sulfokarbonate zum Denitrieren 14.
 Sulfone oder Sulfoxyde zu Spinnlösungen 475.
 Sulfooxysäuren 47.
 Sulfosäuren, aromatische, zum Fällen von Viskosefäden 463.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung 172.
 Sulfoxylate 469, 493.
 Sulfurete zum Denitrieren 14.
Taffete 1058.
 Tagalfaserimitat 1013.
 Tannin 474.
 — zum Nachbehandeln von Nitrozellulosefäden 36.
 — zum Nachbehandeln von Zelluloseätherseide 619.
 — zur Nitrozelluloselösung 3.
 Tannalbumin 528.
 Tantal zu Spindüsen 748.
 Tapeten 1058.
 Teerbenzin 257.
 Teer- und Teerölsulfosäuren und Kondensationsprodukte 507.
 Teilspindüsen, Vereinigen der Fäden aus 789.
 Temperatur beim Spinnen 79, 82.
 —, niedrige, bei Bereitung von Viskoselösungen 521, 523.
 —, niedrige, beim Fällen von Viskosefäden 526.
 Teppichfabrikation 1062.
 Terpene zum Fällen von Zelluloseesterlösungen 589.
 Terpentin 118.

- Terpentin zum Fälln von Zellulose-
 esterlösungen 598.
 Terpentinöl als Erstarrungsflüssigkeit
 24.
 — bei der Sulfidierung 536.
 —, verharztes, zum Nachbehandeln von
 Kunstfäden 971.
 Tetraacetylzellulose 589.
 Tetrachloräthan 590.
 — in Acetylierungsgemischen 622.
 — zur Lösungsmittelwiedergewinnung
 158.
 Tetrachloräthylen 408.
 Tetrachlorkohlenstoff 45, 192.
 — bei der Lösungsmittelwiedergewinnung
 155.
 Tetrahydronaphthalin 171.
 Tetrahydronaphthalinsulfosäure und
 Kondensationsprodukte 506.
 Tetranitrozellulose 27, 28, 45.
 Thiocyanate im Fällbad für Acetat-
 fäden 615.
 — zum Lösen von Zellulose 695.
 Thioharnstoff zum Lösen von Zellulose
 697.
 Thioharnstoffe zu Viskose 396.
 Thiole zu Spinnlösungen 475.
 Thionylchlorid zum Nachbehandeln von
 Kunstfäden 970.
 Thiosulfate zum Fälln von Viskose-
 fäden 475, 513.
 Thornitratherstellung, Nebenprodukte
 der — zum Beschweren 977, 978.
 Thymol zu Zelluloseesterlösungen
 589.
 Tierische Stoffe, Kunstseide aus 638 bis
 641, 646—667.
 Titansesquioxidsulfat zum Reduzieren
 von Kupfersalzen 272, 306, 355.
 — zur Ausfällung fein verteilten Kupfers
 272.
 Titer, Gleichmäßighalten 116.
 Toluol 45.
 — zum Fälln von Kollodiumfäden
 117.
 — zum Kollodium 35.
 Toluolalkylsulfonamide 611.
 Tonerdehydrat zum Unverbrennlich-
 machen 19.
 Traggestell für Spinnhülsen 938.
 Tragwalzen für die Aufwickelpulen, An-
 ordnung der 805.
 Traubenzucker 288.
 Traufenbäder 1030.
 Triacetylzellulose 589, 596.
 Triarylphosphate 611, 626.
 Trichloräthylen 408, 576.
 — zum Reinigen von Zellulose 417.
 Trichloressigsäure zum Nachbehandeln
 von Zelluloseätherseide 619.
 Trinitrozellulose 17, 18, 27, 28.
 Trioxymethylen 968.
 Trockenspinnen von Acetatseide 596,
 612—616, 624—634.
 — mit Gemischen niedrig- und hoch-
 siedender Lösungsmittel 612, 613.
 — mit niedrigsiedenden Flüssigkeiten
 612.
 — von Nitroseide 17, 27, 88—105.
 Trocknen 16.
 — auf umlaufenden Spulen 922.
 — in Strähnenform 956.
 — künstlichen Roßhaares unter Span-
 nung 998, 1000.
 — mit Lösungsmitteldämpfen belade-
 ner Luft 142, 158.
 — nach Gefrieren des Wassers 957.
 — ohne Spannung 197.
 —, Schnelltrockenverfahren 954.
 — unter Spannung 187, 200, 205, 316,
 321, 327, 330, 349—351, 353.
 — von Fäden aus Kupferoxydam-
 moniakzelluloselösungen 349, 350,
 352.
 — von Luft und Lösungsmitteldämp-
 fen 142, 158.
 — von Nitroseide 16.
 — von Nitrozellulose 41.
 — von Viskosefäden 560, 565.
 Trog für Härteflüssigkeit 246.
 Tropfrinnen bei der Kupferseideherstel-
 lung 206.
 Tunizin 278.
 Tüll, gegossener 1018—1020, 1061.
 Tüllartige Gewebe aus Pflanzengallerte
 644.
Überziehen von Fäden mit Zellulose-
 lösung 1001—1004, 1009.
 — von Naturseide mit Zelluloselösung
 89—91.
 Udenitrierte Seide, textile Verwendung
 1059.
 Undurchscheinendmachen von Kunst-
 fäden 975.
 Umspinnen elektrischer Drähte 1060.
 — mit Kunstseide 89—91, 1060.
 Umziehen der Strähne beim Denitrieren
 123.
 Unlöslichmachen von Gelatinefäden u.
 dgl. 641, 647, 652, 662, 667.
 Unterkleider 1059.
 Unterphosphorige Säure zum Fälln von
 Viskosefäden 536, 968.
 — zum Nachbehandeln von Kunst-
 fäden 968.
 Unverbrennlichmachen 19, 26, 116, 126,
 127, 626, 993, 994.
 Urethane zu Viskose 396.
 Urin 665.

- Vakuum**, Einwirkung von Schwefelkohlenstoff auf Alkalizellulose im 392.
 —, Spinnen im 93, 774.
Vandura oder **Vanduraseide** 638, 641.
Vaskulose 278.
Verbreitern des Faserbündels 804.
Verdicken von Kunstfäden 976.
Verdünnungsmittel bei der Alkalizelluloseherstellung 408.
 — bei der Sulfidierung 407.
Veredeln von Zellulosepräparaten durch Behandeln mit elektrischem Strom zwischen Diaphragmen 694.
Verfahren, allgemeine 668—698, 841 bis 844, 849—858, 922—928, 934 bis 936, 940—947, 949—950, 954—994.
 — in einem Zuge 188, 233.
Verkleben von Kunstfäden vor dem Weben 1010.
Vermahlen von Zellulose mit Kupferlösung 277.
Verreiben von Zellulose mit Kupfer und Ammoniak 308.
Verseiden von Zellulose 183.
Verseifung, teilweise, von Acetatseide 589.
 —, teilweise, von Fäden aus Acetylnitrozellulose 592.
Verspinnen von Nitrozelluloselösungen 3—26, 57—116.
Verteilen des Kollodiums 105.
Verteiler, gesteuerter 70.
Verwendung von Kunstseide 1058 bis 1062.
Verziehen der Fäden zwischen Abzugs- und Aufwickelvorrichtung 785.
Vinylester, Polymerisationsprodukte von 666.
Viskoid 367, 369.
Viskose, frische, nicht gereinigte 453.
 —, Herstellung und Behandlung 367 bis 417.
 —, Herstellung von Kunstseide aus 367, 440—589.
 — mit weniger Zellstoff als normal und normaler Viskosität 532.
 —, Reinigen 369, 371, 374, 376, 377, 379, 381, 383, 384, 388, 392.
 —, schwach gereifte 488.
 —, ungereifte 408, 421, 488, 497, 505, 506, 1032—1034.
 —, ungereifte aus ungereifter Alkalizellulose 501, 526, 534, 1031—1034.
 —, Überziehen von Fäden mit 1001-Viskosefäden, gefärbte 523.
Viskoselösung, mit sauren Salzen versetzt 395.
Viskoseseide, feinfädige 457, 458—463, 465—473, 501, 527, 530, 533, 585.
Viskosität 433.
- Viskosität**, Herabsetzung der — von Zelluloseesterlösungen 54.
Viszellingarn 1002, 1010.
Vorbehandlung von Zellulose für das Auflösen in Kupferoxydammoniak oder Chlorzink 254—260, 278, 282.
 — von Zellulose für die Nitrierung 15, 40—41.
 — von Zellulose für die Viskoseherstellung 396—399, 411, 417, 419.
Vorhänge 1058.
Vorrichtung zum Behandeln von Kunstseide mit Gasen oder Dämpfen 979.
 — zum Streckspinnen von Acetatseide 601—602.
 — zur Herstellung von Fäden aus der gelatinösen Masse der Seidenraupen 641.
 — zur Herstellung von Fäden aus Gelatine 638, 662.
 — zur Herstellung von künstlichem Roßhaar und Haar 995, 1004, 1005, 1009.
Vorrichtungen, allgemeine 698—959.
 — zum Streckspinnen 194, 201, 203, 210, 217—224.
 — zum Wiedergewinnen von Lösungsmitteln 8, 22, 132, 138—151, 152 bis 154, 157—168, 176—177, 179.
 — zur Herstellung von Stapelfaser 1037, 1043, 1044, 1046—1055.
 — zur Herstellung von Acetatseide 601, 602, 614, 615, 625, 627—634, 636.
 — zur Herstellung von Kunstseide aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 185, 191, 198, 201, 206, 209, 210 bis 224, 227—230, 233, 239—253.
 — zur Herstellung von Kunstseide aus Nitrozellulose 4, 12, 17—27, 34, 58 bis 116.
 — zur Herstellung von Kunstseide aus Viskose 536—567.
 — zur Herstellung von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 275, 290.
Vulkanisieren mit Kautschuk hergestellter Kunstseide 966, 967.
Vulkanisierte trocknende Öle zu Nitrozellulose 27.
- Wacholderöl** als Erstarrungsflüssigkeit 24.
Wachse zum Nachbehandeln von Kunstfäden 972.
Wagerechte Fadenführung ohne Knickung 762.
Walratöl 176.
Walzen, Aufwickel- 889.
 —, Behandeln des Fadens im Fallbad mit 801.

- Walzen, Fadenbildung zwischen gerillten 796.
- Wärme, strahlende, beim Spinnen 79, 80, 82.
- Wärmeaustauschapparat 176.
- Waschen auf umlaufenden Spulen 922.
- in zwei Stufen 949.
- in offenen, durchschnittenen Strängen 940.
- im Gegenstrom 346, 347, 926, 929, 934.
- mit Metallsalzlösungen 321.
- mit ricinusölsulfosaurem Natron 205.
- unter Ausschleudern 129, 950.
- unter Berieseln und Ausschleudern 941.
- unter Durchsaugen 951—954.
- unter Vermeidung von Abkühlung 945.
- von Fäden aus Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 321, 346—349, 354.
- von Fäden aus Nitrozellulose 28, 129.
- von Fäden aus Viskose 560—566, 567, 572, 575, 580.
- von Kunstfäden 922—954.
- von Nitrozellulose 41.
- von Viskose 392.
- Waschflüssigkeit, Regeln des Einlaufs von — in Waschzentrifugen 939.
- Waschsäure, gekühlte 41.
- Waschvorrichtung mit Tropfrinnen zwischen den Spulen 947.
- Waschvorrichtungen 346—347, 560, 882 bis 884, 925, 928—936, 938—941, 945 bis 947, 950—954.
- Wasser, teilweise enthärtetes — zum Fällen 238.
- zum Fällen von Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 296.
- Wasseraufnahmefähigkeit, Herabsetzen der — von Kunstfäden 969—973.
- , Herabsetzen der von Kunstfäden durch Behandeln mit Stahlwalzen unter Druck 969.
- Wasserbindende Stoffe bei der Alkali-zelluloseherstellung 408.
- Wasserdampf zur Lösungsmittelwiedergewinnung 154.
- Wasserentziehende Mittel beim Koagulieren von Kunstfäden 965.
- — beim Nachbehandeln von Kunstfäden 965.
- — beim Trocknen 352.
- — im alkalischen Fällbade für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 334.
- Wasserfestmachen von Kunstfäden 959 bis 974. 1003.
- von Kunstfäden durch Wasserentziehung 965.
- von Kunstfäden durch Firnissen 103.
- Wasserfestmachende Stoffe, Bildung von — beim Spinnen 973.
- Wasserglas 181.
- Wasserglaslösung 127.
- Wasserschleier während des Spinnens 808.
- Wasserstoffionenkonzentration im Fällbad für Viskosefäden 490.
- Wasserstoffsuperoxyd 116, 257, 265.
- Weichheit, Erhöhung der — von Kunstseide 984.
- Weinsaure Salze als Fällmittel 326.
- Weinsaures Alkali in Kupferoxydammoniaklösung 265.
- Weinsäure 182, 265, 297.
- zum Fällen von Viskosefäden 452.
- Weinsäureäthylester 608.
- Wickelkörper mit flüssigkeitsdurchlässigem Teil 937.
- Wickelringe 542, 568.
- Widerstände zum Trennen von Luft und Lösungsmitteldämpfen 140.
- Wiederbrauchbarmachen von Denitrierlösungen 119—121.
- Wiedergewinnen von Ammoniak 357 bis 358.
- von Filterstoffen 180.
- von Kupfer 356—358, 360.
- von Lösungsmitteln 8, 22, 30, 51, 132—179, 365.
- von Metallsalzen 118—121.
- von Schwefelverbindungen 180 bis 181.
- von Stickstoffverbindungen 118—121, 180—181.
- Wirkwaren 1059.
- Wollartige Kunstfasern 501, 1026 bis 1036.
- Wollartigmachen durch oberflächliches Zerreißen 1036.
- von Acetatfäden 1035.
- von Zellulose durch Essigsäureanhydrid und Mineralsäure 1036.
- Wollersatz 955.
- X**anthogenatfäden, wasserlösliche 477 bis 481.
- Xylolalkylsulfonamide 611.
- Z**ahnbürsten 1004.
- Zein 667.
- Zellophan 1061.
- Zellstoff aus Baumwollsamenschalen 672.

- Zellstoff, Behandeln mit mercerisierenden Flüssigkeiten 677.
- , chemische und mechanische Behandlung 678.
- , Überführung in Flockenform 677.
- Zellulose, Abscheidung aus Viskoselösungen 586.
- , Entlüften von 406.
- , Erhitzen mit Glycerin oder Öl 669.
- , kolloidale 278, 283.
- , Reinigen 417, 419, 430.
- , rohe braune 396.
- , tierische 278.
- , Vorbehandeln mit Formaldehyd und Säuren, Basen oder Salzen 676.
- , Vorbehandeln mit Säuren 674.
- , Vorbehandeln in Viskose überzuführender mit Säuren 370, 396 bis 400, 419.
- , Vorbehandeln von — für die Kunstseideherstellung 669—670, 673—679.
- , Vorbehandeln zu nitrrierender — durch Erhitzen 15, 40.
- , zerkleinerte, zu Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 231.
- , Zerstäuben durch Düsen und Trocknen 673.
- zum Wiedergewinnen von Kupfer 357, 360.
- Zelluloseabbauprodukte zu Viskose 472.
- Zelluloseabfälle, Lösungen von — zu Fällbädern für Viskosefäden 473.
- Zelluloseacetatfäden, gefärbte 627.
- , woll-, haar- oder fellartige 1035.
- Zelluloseacetat- und Kupferseide 626.
- Zelluloseacetate, acetonlösliche, Behandeln mit Alkoholen und Formaldehyd 624.
- , Fäden aus, und Kasein 650.
- , Herstellung 621—623.
- , Herstellung in Gegenwart nascierender Halogenessigsäuren 621, 622.
- , Herstellung in zwei Stufen 622.
- Zelluloseacetonitrate 591, 592.
- Zellulosearten 277, 412, 671—673.
- Zellulosealkyläther, löslich in Wasser unter 16° 619.
- Zelluloseäther aus Zellulose, Monohalogenfettsäure, Ätzalkali und aliphatischem Alkohol 621.
- , Fäden aus geschmolzenem 611.
- , Kunstseide aus 589, 597, 598, 611 bis 614, 618—620, 635, 637.
- und -ester, Kunstseide aus 612.
- Zelluloseester, feste, bei der Lösungsmittelwiedergewinnung 155.
- Zellulosefettsäureester, Kunstseide aus 589—637.
- Zelluloseformiat 595.
- , Lösungsmittel für 595.
- Zellulosegebilde, farbige, aus Baumwollsamenschalenzellulose 671.
- Zellulosehydrate, Fäden aus, und Kasein 650.
- Zellulosehydratlösungen, Kunstseide aus 587—589.
- Zelluloselösungen zu Fällbädern für Viskosefäden 473.
- Zellulosenitrate, Fäden aus, und Kasein 650.
- Zelluloseoxyalkyläther 620.
- Zelluloseoxyparaffinkarbonsäuren 620.
- Zellulosethiourethane 620.
- Zellulosewatte 1024.
- Zellulosexanthofettsäuren 619.
- Zellulosexanthogenat, mit Oxydationsmitteln behandeltes 385, 393—395.
- Zellulosexanthogenate, Alkali-, lösliche, gepulverte 383.
- , homogene 391.
- , wasserunlösliche durch Erhitzen 386.
- Zellulosexanthogenatlösungen, rasches Verspinnbarmachen roher 389.
- Zentrifuge, auf und ab bewegte 814.
- Zentrifugenspinnmaschinen 809—841.
- Zentrifugenspinnverfahren 571.
- Zentrifugieren bei Lösungsmittelwiedergewinnung 140, 154.
- von Viskose 412.
- von Zelluloselösungen 696.
- Zerfaserer für Zellulose und Alkalizellulose 425.
- Zerschneiden von Filmstreifen 1034.
- Zerteilen von Zellulosexanthogenat 412.
- Ziehplatte und-halter aus Molybdän 565.
- Zinkat, Alkali- als Fällbad 338.
- Zinkatbildung im Fällbad 1005.
- Zinkchlorid 46.
- bei der Lösungsmittelwiedergewinnung 155, 157.
- zum Appretieren 37.
- zum Fällen von Zinkxanthogenatfäden 535.
- zum Lösen von Kasein 649.
- Zinkchloridzelluloselösungen, Fäden aus 361—367.
- Zinkresinat zu Spinnmassen 32.
- Zinksalze in sauren Fällbädern für Viskosefäden 449, 450, 528, 530—531.
- Zinksalzlösungen, basische 364, 366.
- , Wiederbrauchbarmachen 365.
- Zinkxanthogenat 535.
- Zinnoxidulverbindungen zum Denitrieren 118.
- Zinnsalze zum Beschweren 977.
- zum Kollodium 16, 29.
- Zitronensaure Salze als Fällmittel 326.

- Zitronensäure 182, 265, 297.
— zum Fällen von Viskosefäden 452.
Zöpfe 1060.
Zucker, hydratisierende, zu Kupferoxydammoniakzelluloselösung 289.
— in alkalischen Fällbädern für Kupferoxydammoniakzelluloselösungen 320, 322.
— in sauren Fällbädern 313.
— im Fällbad für Viskosefäden 450, 451, 453, 467, 473.
—, reduzierende, in Kupferoxydammoniakzelluloselösung 288.
— zum Fällwasser 238.
— zum Haltbarmachen von Kupferoxydammoniaklösung 253, 266, 267.
— zu Viskose 396.
Zuflußregelung für Viskose 556.
- Zusammenlaufenlassen von Kunstfäden 597, 995.
Zweistromepatent 210.
Zwirnen an der Spinn- und Ablegestelle 817.
— beim Spinnen, s. auch Spinndüsen, drehbare 113, 114, 776.
— von Viskosefäden 567, 568, 572.
— vor dem Auflaufen auf die Trockentrommel 354.
— vor dem Denitrieren und Entschwefeln 37.
— vor dem Trocknen 354.
Zwirnvorrichtungen 26, 88, 355, 872, 882—887, 888.
Zwischensätze 1059.
Zyklobutanon 612.
Zyklohexanon 621.

Patentliste.

Deutsche Patente.

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
30 291	2	119 099	255	169 931	42	188 113	998
38 368	2, 3, 20	119 230	185	170 051	646, 647,	188 542	590
40 373	16	121 429	349, 350		648	188 910	924
46 125	2, 3, 10	121 430	190, 350	170 935	51	189 139	550
52 977	17	125 309	994	171 639	81, 143	189 140	1001
55 293	58	125 310	186, 311	171 752	49	189 359	283
55 949	21	125 392	118	172 264	773	189 703	596
56 331	2, 4	125 947	809	172 265	774	190 217	319
56 655	2, 14, 15	127 046	809	173 012	86	192 406	540
58 508	21, 23, 191	129 420	995	173 628	195, 344,	192 690	308
63 214	12	133 144	371		998	194 825	143
64 031	2, 14	133 427	758	174 508	271	196 699	146
70 999	367, 369,	134 312	352	175 296	199	196 730	602, 604
	440, 485,	135 316	46	175 379	590	197 086	381
	1001	137 255	975	175 636	569	197 167	61
72 572	679, 684	137 461	1060	177 957	59	197 250	653, 654
81 599	2, 13	138 507	709	178 308	671	197 965	959
82 555	21, 27	139 442	119	178 410	922	198 008	605
82 857	681	139 899	120	178 942	760	199 559	604
88 225	17, 638	140 347	277	178 985	647	199 885	40
88 556	117	143 763	754	179 772	196	200 023	379
92 590	369	148 038	756	179 947	591	200 265	60
93 009	45	148 587	644	181 784	996	200 509	1018
93 795	641	148 889	759, 760	183 001	1005	200 824	83
96 060	726	151 918	596	183 153	278	201 910	604
96 208	749, 752,	152 743	445, 446,	183 317	649	202 265	654
	753		486	183 557	280	203 178	608
98 642	183, 186,	153 817	446, 486	183 623	378	203 649	153
	287, 999	154 507	191, 598	184 150	356, 360	203 820	648
101 844	752	155 745	587	184 510	1010	203 916	146
102 573	753, 754	157 157	193, 598	185 139	200	204 215	542
106 043	318		844	185 294	261	206 883	329
108 511	440, 485	159 524	597, 603	186 203	769	207 554	152
109 996	268	160 244	539	186 277	85	208 472	320, 321,
111 248	769	162 866	269, 271	186 387	318, 319		322, 324.
111 313	254, 362	163 293	761		320, 325		326
111 333	768	163 467	537	186 766	320, 997	209 161	377
111 409	346, 347	163 661	372	187 090	925	209 923	205
111 790	347	164 321	536	187 263	256	210 280	208
113 208	275	165 331	132	187 313	281	210 778	591
113 786	364	168 171	569	187 369	374, 377	210 867	79
115 989	260	168 173	59	187 696	331	211 871	293
118 836	361, 363	168 830	763	187 947	448, 450	212 954	571
118 837	363	169 567	186		454, 458,	216 391	726
119 098	255	169 906	198		480	216 669	290

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
217 128	121	236 907	657	255 067	44, 128	290 131	673
217 316	669	236 908	661	255 549	332	290 656	174
218 490	321	237 200	353	255 704	606	290 832	484
218 586	869	237 261	383	256 351	257	296 053	694
219 085	670, 678	237 599	593, 606	256 857	51	300 254	233
219 128	83	237 716	281, 286,	257 144	702	300 595	179
219 162	610		287	257 237	792	300 733	167
219 163	610	237 717	295	258 810	665, 666	302 611	1026, 1027
220 051	210	237 718	595	258 855	659	303 047	214
220 228	596	237 744	787	259 248	684	303 396	165
220 645	678	237 816	296	259 816	323	303 731	1027
220 711	226	238 160	90	260 245	660	304 218	1059
221 041	314	238 843	474	260 479	451	305 118	694
221 572	728	239 214	358	260 650	299	306 107	287
222 131	775	239 821	862	260 812	666	306 818	690, 692
222 624	292	239 822	863	262 253	974	307 811	492
222 873	226	240 082	300	262 868	370	308 427	457
223 294	293	240 242	230	263 430	1060	310 092	174
223 736	376, 400	240 751	592, 593	263 786	737	310 743	737
225 161	195	240 846	450	264 951	306	312 304	1028
227 198	682	241 683	231	264 952	272	312 392	395
228 504	345	241 921	286, 287	265 204	355	312 393	954
228 836	384	241 973	155	265 852	595	314 968	970
228 872	281, 284,	243 658	65	265 911	595	316 045	969
	285, 286,	243 659	65	266 140	1037	317 181	1025
	287	244 375	792	267 509	158	317 869	704
229 001	149	244 510	232	267 731	444, 455	318 741	1034
229 677	266	245 100	67, 69	268 261	325	319 079	1042
229 711	231	245 440	699	269 787	264	319 280	1042
229 863	322	245 574	69	270 051	389	319 443	739
230 141	285	245 575	303	270 618	418, 424	319 444	739
230 394	656	245 837	52	271 020	1020	319 594	577
230 941	224	246 481	353	271 215	793	319 839	1043
231 652	296	246 651	617	271 656	928	320 908	98
231 693	297	246 780	698	271 747	32	321 216	813
232 373	123	247 095	127	273 800	686, 690	321 344	739
232 605	966, 967	247 418	849	273 936	107	321 493	867
232 887	1061	247 827	73	274 044	976	322 141	237
233 370	227	248 172	337	274 260	606	322 461	436
233 589	609	248 303	267	274 550	452	322 538	236
233 627	76	248 349	783	274 658	274	322 836	979
234 028	604	248 559	593	275 016	651	323 434	890
234 672	181	249 002	776	275 882	687	323 457	911
234 861	388	250 357	339	276 013	607	323 784	392
234 927	88	250 421	51	276 082	841	323 785	394
235 134	188	250 595	731	277 154	93	323 891	386
235 219	298	250 596	265	279 310	131, 574	324 027	70
235 220	967	251 244	304	281 877	666	324 334	798
235 325	353	252 059	89	282 789	453	324 433	490
235 366	333	252 179	434, 438	283 286	452	326 748	714
235 476	357	252 180	335	286 173	609	327 323	129
235 602	90	252 661	304	286 297	342	328 035	400
236 242	544	252 841	796	287 073	617	328 050	851
236 297	334	253 371	909	287 092	435	329 975	705
236 537	296	254 525	443	287 955	454	331 513	565
236 584	859, 862,	254 801	92	287 968	108	333 174	1045
	909	254 913	155	288 667	843	334 464	799

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
335 181	891	359 685	578	381 020	515	399 311	941
335 563	420	359 768	508	381 290	897	399 666	943
336 878	577	359 999	718	381 669	1049	400 185	528
337 642	495	360 000	742	381 798	437	400 378	425
337 672	396, 397	360 001	523	382 086	962	400 743	992
337 725	673	360 945	575	382 467	989	400 931	845, 847
337 984	479	360 946	514	382 514	257	400 932	921
338 291	576	361 735	741	384 205	785	401 988	847
338 360	483	361 970	243	384 404	412	402 025	496
338 551	676	362 635	241	384 513	832	402 401	977
338 653	977, 978	362 753	401	385 077	945	402 404	487
338 930	937	363 100	984	385 158	1053	402 405	501, 584,
339 011	111	363 175	692	385 500	315		1033
339 050	498	363 300	822	385 768	511	402 753	55
340 289	496, 499	363 301	826	385 962	38	402 940	171
341 833	1046, 1047	363 379	1055	386 133	521	403 735	746
342 092	560	363 502	938	386 532	834	403 736	627
342 097	637	363 916	215	387 301	802	403 845	501, 584,
342 223	1036	363 997	419	387 302	1017		1033
342 536	748	364 543	741	387 583	171	403 990	978
342 641	499	364 563	371	387 815	900	404 404	934
343 723	1047	365 451	877	387 816	901	405 002	501, 584,
343 926	1051	365 668	983	388 351	168		1034
344 327	740	366 155	525	388 365	882, 884	405 057	710
344 748	873	367 783	939	388 480	1056	405 443	500
344 749	397	367 972	857	388 633	54	405 601	532
345 630	1044	368 045	525	388 709	241, 245	406 311	309
345 693	239	368 567	801	388 791	437	406 333	426
346 829	578	368 590	916	388 917	501	406 497	438
346 830	852, 855	368 969	580, 581	388 946	884	406 506	988
346 831	800	369 175	477, 478	389 394	501, 584,	406 620	177
346 832	667	369 245	895		1031	407 351	830
347 994	800	369 560	1013	390 139	804	408 447	252
349 461	1028	369 838	830	390 742	742	408 594	428
350 327	877	370 398	827	391 159	526	408 821	696
350 805	971	370 444	1024	391 290	947	408 822	414
351 099	737	370 471	853, 855	391 291	789	408 889	217
351 871	477, 478	370 592	581	393 803	1036	409 767	258
352 191	597, 598	371 520	918	393 947	345	409 962	838
352 192	598	371 542	984	394 429	835	410 582	706
352 587	892	371 817	929	394 436	399	410 723	629
352 905	53	372 353	581	394 448	956	411 167	516
352 962	422	373 795	878	394 898	724	411 265	978
353 226	716	374 507	216	395 524	744	411 313	403
353 483	479	374 614	827	395 829	991	411 333	246
353 662	637	375 327	721	395 953	805	411 600	586
353 948	423	375 640	624	396 306	896	412 113	582
355 836	437	375 712	411	396 462	409	412 164	985
355 981	510	375 813	1015	396 702	598, 601	413 158	824
356 309	507	375 814	984	397 012	528	413 511	430
357 137	875	377 120	421	397 262	174	413 690	360
357 423	243	377 346	940	397 340	245	413 790	220
357 668	456	377 616	823	397 741	837	413 791	219
357 707	619	378 231	894	397 857	957	414 523	973
358 145	520	378 711	854	398 255	423	414 675	707
358 977	912	379 770	895, 896	398 345	902	414 868	944
359 311	54, 637	379 771	677	399 210	918	415 479	778

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
415 798	223	416 670	518	417 941	903	419 665	439
416 008	949	417 092	477, 478	417 988	601	420 695	951
416 015	517	417 267	171	418 056	416	420 967	950
416 210	482	417 336	990	418 523	907	421 342	905
416 557	514						

Britische Patente.

1855		1895		1900		1905	
283	1	11 038	117	17 759	995	1 689	81
1857		1896		20 461	994, 995	1 745	998
67	2	2 595	21	20 801	185	2 192	43
1883		4 713	369	23 157	809	2 441	654
1 548	667	6 858	45	23 158	809	2 455	654
5 978	2	7 429	117	1901		4 534	132
1884		10 868	21	1 850	366	4 755	278
4 121	2	12 056	117	4 303	311	4 756	278
12 675	2	12 452	36	5 076	41	4 761	198
13 133	2	22 540	48	9 482	644	4 765	351
16 805	2, 361	1897		10 029	709	5 766	553
1885		2 713	641	12 695	118	6 356	198
6 045	2	3 606	771	20 747	182	6 357	355
1886		3 832	749	21 628	597	6 751	590
2 211	2	10 487	1003	1902		13 603	139
1887		17 901	361, 364	2 467	42	15 029	43
2 694	16	26 381	117	2 529	442	15 372	139
2 695	16, 17	28 631	183	8 083	191, 193	16 583	448
1888		1898		17 501	587	17 164	282
5 270	2	1 020	372, 440	17 502	378	17 381	773
1889		3 770	117	17 503	443	27 222	205
2 570	17	3 898	1001	26 982	42	1906	
2 571	17	6 700	640	28 364	754	3 025	910
1890		1899		1903		3 549	316
1 656	2	58	752	7 023	442	3 566	356
5 376	2	6 557	254	7 341	590	6 072	282
1891		6 641	346	9 017	761	6 166	30
11 831	21	6 735	349	16 588	759	6 942	671
19 560	2	12 879	557	16 604	445	7 520	1010
1892		13 300	255	16 605	550	8 045	448, 516
8 700	367	13 331	268	1904		8 910	261
21 485	36	14 525	275	2 357	373	9 254	312
22 736	21	18 260	361	5 286	372	10 094	448
1893		18 884	255	5 730	569	12 842	922
24 003	21	20 630	350	17 152	536	14 087	143
24 638	2, 13	23 729	768, 769	20 637	29	15 133	195
1894		24 101	347	21 988	318	16 078	760
15 522	638, 641	1900		25 296	646	16 088	196
24 009	21	1 763	260	27 565	59	16 442	262
		6 385	765	28 712	365	19 107	591
		8 799	46	28 733	596	20 408	263
		9 087	126	1905		21 144	965
		15 343	29	1 283	186	22 422	256
		16 332	29	1 284	997	23 683	1003
				1 501	197	25 647	959
						27 527	44
						27 727	283

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
1907		1909		1911		1913	
89	60	1 148	265	9 336	232	9 067	936
89 A	60	1 407	571	11 714	335	11 104	484
1 595	140	2 400	150	14 142	34	12 090	487
3 606	771	4 104	284	14 266	661	13 360	867
4 015	924	4 872	266	16 720	787	18 680	820
5 020	146	5 395	148	19 450	89	24 376	489
5 881	542	6 554	595	20 979	610	1914	
8 179	376	7 617	285	22 635	795	834	456
10 164	297	7 743	604	23 995	155	5 238	486
10 165	331	10 604	670	24 045	474	12 822	492
10 545	205	11 700	313	25 532	272	13 055	392
13 518	1018	14 112	281	25 533	306	13 872	617
13 868	781	18 086	88	27 835	305	14 216	107
14 655	201	18 087	90	29 030	1061	14 339	386
16 495	188	18 342	296	1912		14 675	394
16 512	79	20 593	383, 400	356	303	17 495	851
17 460	121	22 413	329	1 378	371	18 556	981
17 876	548	28 256	203	1 573	434	24 291	395
18 936	313	29 385	264	2 222	793	1915	
21 405	450, 519	30 510	966	4 610	341	2 485	490
22 092	322	1910		5 386	1037	7 098	162
22 753	293, 655	7 748	1022	5 659	257	9 196	968
27 707	320	10 186	1059	6 408	304	10 857	98
1908		10 211	910	7 893	418	10 858	129
858	366	11 729	151	10 430	367	100 631	1013
1 265	290	12 422	672	11 613	342	101 723	163
2 794	345	13 464	597	12 710	865	101 875	163
5 595	450	14 599	791	16 615	660	104 173	692
6 766	1005	15 700	609	16 616	659	104 225	813
7 126	1005	15 752	384	18 965	735	104 363	814
8 023	383	15 991	267	19 001	339	113 010	214
8 708	384	16 629	353	21 586	665	116 103	977
8 711	210	16 932	596	22 436	477	116 268	488
8 742	379	18 315	474	24 996	307	121 734	1024
9 268	322	19 166	980	26 472	476	122 527	367
11 959	1010	20 046	323	27 676	481	125 394	560
12 253	290	20 672	589	27 732	479	126 174	371
14 143	262	24 110	659	28 083	889	126 263	822
15 015	79	24 707	65	28 103	865	127 155	737
15 448	210	25 986	292	28 320	713	127 309	168
15 449	210	27 539	358	29 711	574	129 024	165
16 557	782	27 600	357	1913		132 815	690
17 967	329	27 878	335	330	443	135 205	505, 1031
19 157	544	30 306	731	2 465	50	135 206	1028
19 158	544	1911		2 992	452	136 769	816, 817
19 276	782	309	684	3 169	483	136 784	817
20 316	328	406	451	4 596	864	137 615	173
21 191	328	1 022	872	4 922	325	139 104	818
21 285	208	1 436	389	4 966	684	139 232	621, 623
21 872	781	3 139	616	5 154	341	139 481	457
24 922	783	3 973	617	5 553	41	141 041	500
25 097	549	4 078	792	6 387	618	142 038	565
26 155	474	4 080	731	7 562	793	143 253	852
		5 077	1020	8 283	32	145 035	287

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
145 511	621	172 038	466	198 654	526	219 961	888
145 610	970	174 660	611	198 673	526	219 962	708
145 611	970	174 960	467	199 355	941	220 288	497
145 627	499, 510	174 961	468	200 186	622	220 934	532
147 416	507	175 746	993	201 119	171	220 935	532
147 585	800, 1028	177 868	614	201 526	972	221 944	982
149 295	785	178 121	523	203 074	412	223 171	498
149 296	403	178 151	1041	203 092	616	224 352	888
149 318	420	178 152	406	203 599	623	224 404	35, 635
149 319	619	178 481	1053	203 908	888	224 405	635
152 349	505, 1033	178 801	505	204 322	438	224 503	220
152 350	1033	179 234	615	205 532	668	224 864	223
152 351	1034	181 197	518	205 898	407	224 885	533
153 444	403	181 198	517	206 113	991	225 135	412
154 334	611	181 330	505, 1034	206 449	495, 504	225 525	252
156 508	943	181 392	619	207 090	723	225 559	950
156 543	174	181 393	619	207 214	707	225 565	433
157 111	565	181 394	619	207 502	950	226 142	57, 636
157 220	111	181 395	619	207 562	614	226 309	627
158 340	1036	181 758	956	209 125	612	226 683	902
158 851	971	181 900	519	209 376	217	227 006	219, 224
159 868	1014	181 901	515	210 108	613, 627	227 134	623
160 152	740	182 166	612	210 266	613	227 146	627
160 168	740	182 488	54	211 140	530	227 527	972
160 859	625	183 476	496	211 446	535	227 796	839
161 526	740	183 882	407	211 691	246	227 855	994
162 759	513	184 197	36, 624	211 889	38	228 348	415
163 099	937	184 449	506	212 068	246	228 497	840
163 312	1046	184 450	506	212 864	588	229 025	132
163 466	458	184 462	970	212 865	388	229 026	1059
163 817	458	184 488	832	212 911	949	229 075	635
165 164	1035	184 533	408	213 138	748	229 518	534
165 519	614	184 610	423	213 300	626	229 638	223
165 743	421	184 671	612	213 631	626	229 678	433
166 294	457	185 433	411, 420	213 765	972	230 187	985
166 931	459	185 718	501	213 908	91	230 768	310
167 076	513	187 942	584	214 197	857	230 813	39
167 199	422	189 114	409	215 028	527	231 800	620
167 201	423	189 155	878	215 417	982	231 801	620
167 458	1036	189 416	57, 625	215 851	531	231 802	620
168 986	173	189 638	854	215 860	989	231 805	619
169 190	459	189 973	853	216 125	530	231 806	620
170 024	459	190 030	884	216 422	951	231 807	620
170 029	463	190 694	55	216 475	697	231 808	620
170 285	823	190 732	622, 623	216 828	388	231 809	620
170 313	464	190 772	462	217 003	627	231 810	620
170 316	575	Zus. z. 170024		217 068	516	231 811	620
170 322	465			217 166	697	232 200	580
170 608	954	192 088	525	217 168	588	232 219	567
170 817	578	192 214	473	217 287	614	232 843	171
170 874	462	193 926	411	217 685	439	233 268	944
170 964	419	194 666	598	218 913	627	233 342	600
171 125	470	194 693	433	219 106	627	233 535	840
171 384	696	195 569	410	219 333	600	233 536	841
171 691	499	196 641	622, 623	219 656	495	234 039	415
171 719	835	198 023	615	219 674	636	234 188	506
171 776	522	198 392	625	219 898	498	234 433	507

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
235 452	724	235 853	224	236 393	634	239 482	954
235 527	809	236 211	246	238 842	633	239 622	636
235 850	602	236 281	697	239 254	527	242 240	973
235 852	602	236 336	993	239 255	91		

Französische Patente.

165 349	2	224 460	21	339 564	373	355 064	204
165 349		224 837	127	340 690	372	356 323	43
Zus. v.		225 567	2	340 812	569	356 402	198
23. XII. 84	2	228 705	127	341 173	132	356 404	646, 647
165 349		231 230	2, 15, 46	342 077	59	356 508	651
Zus. v.		231 230		342 112	650	356 835	139
7. V. 85	2	Zus. v.		342 112		356 835	
172 207	2	30. VII. 93	2	Zus. 7824	650	Zus. 5160	139
195 654	17	231 230		342 655	61	357 056	448
195 655	17	Zus. v.		344 138	261	357 171	282, 303
195 655		30. IX. 93	2	344 660	29	357 172	773, 774
Zus. v.		231 230		344 845	29	357 837	196, 351
16. X. 90	17, 20	Zus. v.		345 274	536	358 987	150
195 656	17, 20	22. XII. 93	2, 16, 46,	345 293	537	359 026	774
199 494	2	48		345 320	569	360 395	31
199 494		231 230		345 343	540	360 396	126
Zus. v.		Zus. v.		345 687	255	361 048	256
12. IX. 89	2	19. VI. 95	2, 16	346 693	30	361 048	
199 494		231 230		346 693		Zus. 6629	256
Zus. v.		Zus. v.		Zus. 3862	30	361 061	316, 351
9. I. 90	2	3. III. 97	2	346 722	278	361 319	448, 532
199 494		231 230		347 960	316	361 323	59
Zus. v.		Zus. v.		349 134	120	361 324	49
25. I. 90	2	2. X. 97	2, 14	349 843	140	361 329	51
201 740	2	243 612	21	350 220	318	361 568	143
201 740		243 677	21	350 298	137	361 568	
Zus. v.		248 830	638	350 298		Zus. 5797	143
24. III. 91	2	258 287	58	Zus. 5717	138	361 603	176
203 202	2	272 718	183	350 383	81	361 690	47
203 202		278 371	268	350 383		361 759	980
Zus. v.		286 692	349	Zus. 5491	81	361 796	653
13. II. 90	2	286 925	254	350 442	596	361 877	539
203 741	182	292 988	255	350 723	30	361 960	59
207 624	2	313 453	42	350 723		362 986	261
208 405	2	313 464	959	Zus. 4445	30	363 782	1010
208 405		320 446	191, 193	350 888	197	363 922	85
Zus. v.		323 473	378	350 889	351	364 066	282
25. X. 90	2	323 474	443	351 206	997	364 269	889
208 856	17	327 301	42	351 207	998	364 911	263
208 857	17	328 054	127	351 208	186	364 912	772
216 156	2, 12	330 714	590	351 265	43	364 913	348
216 156		330 753	442	352 528	198	365 057	312
Zus. v.		331 404	761	352 530	355	365 776	448
18. XII. 91	2, 12	333 246	1004	353 187	356	365 990	262
216 564	2	334 507	759	353 973	347	366 126	671
217 557	679	334 515	445	354 336	650	366 793	922
218 759	116	334 636	374	354 398	180	367 803	153
221 488	2	334 636		354 424	30	367 803	
221 488		Zus. 3366	374	354 942	650	Zus. 7469	154
Zus. v.		337 693	872	355 016	31	367 979	195
2. X. 93	2, 14						
221 901	21						

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
367 980	760	386 833	146	406 344	544	430 939	1012
368 190	79	387 054	154	406 724	557	431 052	661
368 393	1019	388 915	383	406 724		431 074	337
368 706	313	389 284	379	Zus.11 840	558	431 096	732
368 766	591	390 178	210	409 078	549	431 112	791
369 170	126	392 442	79	409 387	783	431 681	558
369 957	965	392 868	1004	409 627		432 400	787
369 973	263	392 869	328, 343	Zus.12 938	672	433 956	662
370 717	910	392 869		409 789	203	434 501	451
370 741	1003	Zus. 9752	328	410 267	65	434 602	967
371 544	44	393 412	1019	410 267		434 868	31
371 985	154	394 009	782	Zus.12 545	65	434 869	91
372 002	283	394 586	450	410 652	180	435 073	149
372 889	146	395 223	208	410 721	1008	435 156	663
373 088	205	395 402	474	410 776	1022, 1024	435 156	
373 429	327	395 402		410 827	329	Zus.15 008	663
373 887	771	Zus.11 354	474	410 882	264	435 742	155
373 947	80	395 402		411 592	265	436 186	1012
374 123	376	Zus.12 620	474	412 887	151	436 187	1012
374 277	262	396 664	150	413 359	152	436 188	474
374 724		396 664		413 571	148	436 555	701
mit		Zus.10 092	150	413 787	610	436 556	732
Zus. 8122	959	397 791	148	414 520	558, 706	436 556	
374 724		397 791		415 060	88	Zus.15 925	732
Zus. 9904	961	Zus.11 267	148	415 619	560	436 556	
374 724		398 424	571	416 064	154	Zus.16 058	733
Zus.10 760	962	399 218	83	417 568	384	436 590	475
374 790	924	399 460	384	417 599	980	436 590	
375 633	542	399 727	556	417 851	353	Zus.15 431	476
375 827	345	399 911	266	418 282	267	436 590	
376 065	295	400 321	284	418 282	267	Zus.16 655	476
376 785	151	400 321		418 309	596	436 968	305
377 118	1005	Zus.10 723	285	419 852	383	437 014	338
377 118		400 577	473	420 085	198	437 815	305
Zus. 9067	1005	400 652	595	420 086	155, 1020	438 131	1037
377 325	331	401 182	150	420 682	783	438 131	
377 326	297	401 262	151	420 856	609	Zus.15 399	1037
377 424	540	401 343	82	422 565	335	438 448	57, 311,
377 494	1004	401 741	262	423 064	358		475, 618
377 673	152	402 072	592	423 104	357	438 632	303
377 673		402 462	670	423 510	296	438 718	443
Zus. 7727	152	402 804	383, 400	423 934	73, 76	439 040	371
378 143	121	402 804		424 293	296	439 721	50
379 000	326, 327	Zus.10 929	383	424 419	323	439 721	
379 935	188	402 950	48	424 428	1008	Zus.16 214	156
381 939	313	403 193	656	424 621	684	440 776	335
382 718	60	403 242	88	424 796	704	440 846	663
382 859	293, 655	403 242		425 900	48, 616	440 907	341
383 411	780	Zus.13 215	90	425 953	558	440 907	
383 412	357, 360	403 242		425 992	149	Zus.15 861	342
383 413	327	Zus.13 253	89	426 089	859	440 965	890
383 555	48	403 243	90	426 436	617	441 063	304
384 751	1019	403 264	966	427 694	127	441 551	155, 157
384 934	1018	403 264		429 679	1024	441 606	664
385 083	320	Zus.11 164	967	429 750	44	442 015	1041
385 083		403 427	313	429 841	302	442 019	418
Zus. 9253	322	403 488	292	430 221	391	442 022	793, 1024
386 109	82	404 372	281	430 445	389	442 117	1009
386 339	290	405 571	296	430 876	560	442 593	889
		405 782	782				

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
442 630	733	467 165	453	502 481		536 649	420
442 631	734	468 809	867	Zus.23 127	164	537 158	513
442 632	734	468 809		502 481		537 158	
443 133	367	Zus.19 588	869	Zus.23 130	164	Zus.24 944	513
443 621	444	469 890	812	502 802	172	537 159	706
443 897	417	470 141	392	502 802		537 161	887
444 462	665	470 606	673	Zus.26 026	172	537 162	802
445 783	735	471 323	1061	502 957	168	537 650	611
445 896	339	471 471	534	506 787	565	541 554	575
445 896		471 479	686	509 451	457	541 653	33
Zus.17 170	341	473 126	617	509 723	852	541 821	505
446 348	659	473 256	492	509 814	971	542 032	472
446 349	660	473 446	107	510 576	457	542 098	471
446 449	453, 476	473 481	93	510 813	458	542 243	853
447 068	1024	473 986	34	512 248	459	542 303	854
448 429	665	474 163	618	512 318	458	542 736	696
449 457	434	474 727	494	513 566	459	543 256	835
449 536	477	474 728	705	513 566		543 257	406
449 801	272	474 777	395	Zus.25 304	461	543 473	499
449 803	306	474 793	386	514 461	954	543 555	473
450 193	307	477 655	968	514 774	469	543 887	523
450 696	792	477 492	392	515 332	464	545 370	667
450 818	889	477 493	394	515 491	470	545 680	1055
450 906	713	477 735	494	515 683	575	546 259	834
450 985	865	478 315	34	515 858	465	547 582	1054
451 156	479	478 404	129	516 916	287	548 061	36, 857
451 276	481	478 405	98	517 953	970	548 290	433
451 406	307	478 461	33, 127	517 957	800	548 493	882
451 913	864	481 399	814	518 391	510	548 830	719
452 900	92	481 410	813	518 409	1028	549 239	519
453 569	482	489 330	367	518 410	1031	549 279	518
453 652	32	489 881	488	518 410		549 333	515
454 011	452	491 352	176	Zus.26 297	1034	549 408	517
454 061	483	494 107	164	518 451	500	549 603	523
454 753	684	494 234	695	519 545	403	549 670	408
454 811	325	494 705	108	519 795	507	549 713	523
455 011	41	497 420		519 840	677	550 109	826
457 633	475	und		520 714	403	550 142	525
458 979	484	Zus.21 008	822	520 715	785	550 142	
459 125	487	497 473	560	521 000	619	Zus.25 779	525
459 849	736	498 536	490	521 370	611	550 146	994
459 972	618	498 726	611	521 685	468	551 741	501
461 432	820	498 726		521 929	419	551 742	584
461 544	1010	Zus.21 381	611	521 997	468	551 802	897
461 900	489	499 717	371	522 182	422	552 834	407
461 900		501 700	611	522 182		552 983	941
Zus.18 764	490	501 872	816	Zus.23 053	423	553 546	625
462 147	392	501 872		522 802	522	553 547	55
462 657	1061	Zus.21 615	817	529 175	626	554 013	506
463 160	981	501 897	113	529 346	1046, 1047	554 077	723
463 400	1020	501 897		529 553	565	554 180	496
463 693	968	Zus.21 644	114	530 191	578	554 195	105
465 322	821	502 481	163	530 440	624	554 217	506
465 322		502 481		530 505	111	554 327	171
Zus.18 730	822	Zus.22 120	163	530 717	177	Zus.27 694	171
466 210	890	502 481		531 523	1035	557 087	526
466 292	1024	Zus.22 185	164	531 651	398, 420		
467 164	456	502 481		536 238	421		
		Zus.23 126	164	536 284	1036		

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
557 178	410	571 271	504	578 350	116	583 439	600
558 436	409	572 359	1059	578 671	309	583 966	415
559 515	439	572 772	902	579 048	413	584 808	614
559 993	589	573 533	535	579 176	534	584 869	530
561 073	525	574 074	707	579 211	37	584 882	531
561 588	615	574 626	625	579 319	531	584 904	965
561 614	1059	574 947	613	580 252	535	585 539	840
561 614		575 493	808	580 383	566	585 587	223
Zus. 28 718	1060	575 633	440	580 635	132	586 689	985
563 682	106	575 753	982	580 986	888	587 184	629
565 045	897	576 614	131	580 987	708	587 222	634
565 164	497	576 614		581 460	964	587 552	533
566 301	982	Zus. 28 943	132	581 523	516	588 901	839
566 385	616	576 615	157	581 774	627	589 026	252
566 684	526	577 063	526	582 546	495	589 205	535
567 346	612	577 099	949	582 547	498	589 205	
567 348	612	577 369	857	582 548	415	Zus. 29 673	535
567 349	613	577 874	614	582 549	497	589 608	944
569 488	991	577 914	530	582 618	532	589 852	950
570 585	172	577 928	808	583 014	533	590 097	635
570 860	438	578 159	506	583 255	532	594 059	982
570 875	888	578 219	498				

Amerikanische Patente.

365 832	117	672 350	185	798 027	447	855 213	382
367 534	117	672 946	277	798 868	204	856 857	997
430 508	117	680 719	994	804 191	998	857 640	316
439 882	117	691 257	349	805 456	567	858 648	544
455 245	2	697 580	366	806 533	186	863 793	447
460 629	2	698 254	311	808 148	541	863 801	261
508 124	116	699 155	42	808 149	541	863 802	262
516 079	117	702 163	749	813 878	282	866 371	356
516 800	117	702 382	809	816 404	473	866 768	44
531 158	2	705 748	347	820 351	59	867 623	568
559 392	21	710 819	191, 193	823 009	544	876 533	568
562 626	21, 28	712 200	589	827 434	773	879 416	257
562 732	21	712 756	653	828 155	143	884 298	263
563 214	17	713 999	995	834 460	132	888 260	60
571 530	679	716 138	754	836 452	448	896 715	390, 395,
573 132	45	716 778	442	836 620	312		447
593 106	117	724 020	443, 445	836 788	646	904 684	345
594 888	641	725 016	442	838 758	760	908 754	256
611 814	638	729 749	1060	839 013	198	909 257	195
617 009	183	732 784	765	839 014	199	911 868	1005
622 087	440	745 276	765	839 825	331	922 340	595
625 033	364	750 502	759	840 611	297	923 777	540
625 345	640	759 332	568	842 125	81	931 634	671
646 351	255	767 421	372	842 568	351	945 559	284
646 381	268	773 412	569	846 879	542	947 715	262
646 799	361	779 175	318	849 822	543	950 435	474
650 715	350	791 385	1001	849 823	473	951 067	150
657 818	254	791 386	1001	849 870	543	954 984	265
658 632	260	792 149	589	850 571	283	957 460	210
661 214	346	792 888	447	850 695	263	960 791	349
663 739	46	795 526	278	852 126	280, 281	962 769	329
665 975	29	796 740	198	853 093	1010	962 770	281

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
965 273	267	1143 569	487	1385 306	819	1464 805	467
965 557	267	1151 487	89	1386 521	510	1464 949	667
967 397	313	1155 777	797	1387 882	463	1465 994	614
970 589	450	1156 969	621	1389 517	801	1467 493	615
972 464	617	1164 084	1037	1390 329	181	1469 824	433
977 863	290	1184 206	793	1390 995	308	1470 711	410
978 878	290	1188 718	107	1392 047	419	1471 513	472
979 013	285	1200 774	484	1393 197	459	1471 699	626
979 434	544	1202 766	797	1393 198	459	1474 560	981
980 294	329	1214 931	483	1393 199	468	1478 926	625
980 648	384	1218 954	692	1394 270	852	1482 386	957
981 574	604	1224 070	813	1398 525	32	1484 004	38
983 139	295	1224 071	813	1401 943	785	1487 807	854
984 539	474	1226 178	495	1404 535	575	1488 281	526
986 017	224	1229 101	981	1406 153	819	1489 199	878
986 306	376, 377	1236 719	164	1407 280	712	1490 499	438
988 424	731	1240 675	814	1407 696	514	1492 594	744
988 430	226	1242 030	693	1412 763	428	1493 545	246
988 965	596	1260 508	488	1413 332	807	1494 841	246
995 652	1020	1279 200	392, 394	1414 070	469	1497 321	635
1000 827	264	1279 328	392	1414 076	214	1499 025	970
1010 222	1008	1279 329	392	1415 040	696	1500 930	808
1022 097	203, 317	1280 338	490	1417 455	819	1500 931	844
1022 416	156	1292 544	492	1417 456	819	1500 932	844
1023 548	358	1301 652	695	1418 135	406	1500 933	844
1027 689	335	1315 393	693	1418 136	835	1500 934	845
1028 748	591	1315 700	168	1418 363	174	1502 101	413
1030 251	320, 322	1315 701	168	1419 714	459	1506 052	613
1034 235	341	1317 306	342	1421 707	287	1509 338	473
1040 886	148	1326 432	163	1423 041	981	1510 810	409
1044 434	418	1337 258	744	1425 368	820	1513 152	171
1045 731	451	1338 648	876	1425 654	513	1513 153	172
1048 350	560	1341 745	1013	1426 953	466	1515 556	956
1049 201	357	1348 731	693	1427 238	884	1516 194	626
1055 513	684	1355 401	173	1427 330	853	1517 627	598
1062 106	313	1355 402	173	1428 246	1031	1522 480	179
1062 222	302	1355 415	693	1429 127	819	1523 476	310
1064 260	303	1355 985	371	1435 650	408	1528 219	534
1066 785	332	1357 946	403	1437 340	1054	1534 382	498
1073 891	443	1357 947	403	1437 341	1055	1538 689	516
1074 092	590	1365 791	176	1437 491	954	1541 104	616
1074 881	383	1366 162	816	1437 899	823	1544 631	857
1082 490	684	1366 163	817	1441 203	37	1544 810	625
1087 700	661	1367 009	173	1441 204	37	1544 811	57
1093 012	41	1367 603	513	1441 205	37	1544 812	55
1093 146	867	1368 601	173	1446 301	515	1545 144	506
1102 237	452	1371 113	566	1449 380	519	1547 621	950
1106 077	325	1371 300	981	1450 131	785	1549 364	252
1107 222	590	1374 718	462	1455 630	517	1550 360	532
1117 604	494	1375 823	489	1455 679	518	1550 361	533
1119 155	787	1375 824	489	1455 707	172	1551 112	590
1121 605	392	1376 671	575	1456 540	412	1551 791	636
1121 903	444	1376 672	465	1457 977	237	1553 252	949
1127 871	51	1377 110	971	1458 389	462	1554 801	1035
1128 624	1022	1377 761	111	1463 793	473	1561 445	217
1130 830	339	1379 351	386	1464 048	857	1566 166	737
1141 510	686	1383 742	1028				

Schweizerische Patente.

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
1 958	2, 4	42 026	924	68 971	1014	94 417	575
2 123	2	42 305	290	69 514	1020	94 418	465
3 667	2, 12	42 306	448	70 123	456	94 419	466
3 740	21, 23	42 536	672	70 124	456	94 420	467
4 412	2	43 016	450	70 719	1021	94 421	468
4 449	57	44 075	208	70 744	392, 400	94 422	522
4 984	21	44 507	210	71 019	492	94 423	425
10 506	2	44 963	210	71 312	395, 447	94 666	785
12 728	638	45 288	88	71 446	1024	94 835	852
13 695	749	45 289	90	71 447	490	94 836	470
13 972	641	45 290	266	71 681	394	95 355	459
16 077	185	45 321	263	72 044	1014	95 825	420
17 950	752, 753	45 485	150	73 559	1013	98 297	518
18 042	640	45 764	284	74 231	968	92 298	517
19 062	346	46 329	595	74 318	129	98 759	499
19 135	440	47 266	474	74 930	98	98 760	473
20 433	1003	47 395	571	75 436	214	98 761	515
22 503	29	48 335	313	76 329	690	99 009	519
22 680	29	48 576	285	77 322	692	99 494	406
24 301	809	48 679	281	78 099	164	100 140	853
29 680	759	49 399	292	79 659	287	100 141	854
30 322	569	50 501	203	79 809	692	100 142	501
30 768	372	51 246	264	81 112	737	100 143	1034
32 540	59	53 440	267	84 238	1028	100 144	584
32 541	59	53 749	783	84 599	500	100 442	878
33 335	61	53 936	323	85 532	1031	100 443	1055
33 571	132	54 645	65	85 709	403	100 444	956
33 684	140	54 646	1022	85 710	676	100 678	826
34 222	761	54 834	389	86 010	488	100 679	523
34 741	772	55 344	617	86 171	677	101 360	462
34 741/648	773	56 107	1008	86 848	422	101 361	523
34 742	871	56 146	684	87 368	488	101 362	523
34 760	263	56 329	787	87 369	457	101 586	407
34 854	348	57 506	451	87 535	458, 466,	102 241	1054
35 080	773, 774	57 738	661		468	102 243	598
35 434	198	57 951	302	87 536	458, 459	102 509	506
35 435	355	58 424	434	87 736	459	102 510	506
35 436	760	58 882	303	88 323	423	102 712	241
35 642	204	58 883	443	88 987	168	102 713	723
35 911	671	59 118	1037	89 210	565	102 714	250
37 584	312	59 380	444	90 363	403	103 412	525
38 455	539	59 409	418	90 460	695	103 488	1009
38 910	60	59 641	665	90 461	507	103 631	625
39 587	146	60 741	476	90 660	510	103 860	433
39 711	771	61 381	477	91 827	459	104 069	615
40 164	202	62 314	479	91 828	578	106 179	527
40 614	356	62 315	452	92 664	1046	106 749	616
40 674	1018	62 810	483	93 302	419	106 750	950
40 972	329	63 328	325	94 412	457, 459	106 970	217
41 005	653	63 818	50	94 413	954	107 583	949
41 109	188	64 190	793	94 414	458, 462,	108 043	629
41 238	293	64 191	484		470	108 045	857
41 554	320	64 685	32	94 415	463	108 046	1018
41 555	654	64 900	487	94 416	464	108 256	627

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
108 464	634	110 258	531	112 581	220, 223	112 943	840
109 866	532	110 723	600	112 784	223	113 144	623
110 077	533						

Österreichische Patente.

138	1019	31 778	760	54 260	296	82 163	483
2 739	275	31 802	922	54 277	337	82 199	574
3 636	254	32 377	997	54 428	335	82 837	386
3 638	268	32 553	924	54 574	617	83 368	287
5 195	994	32 783	143	54 575	127	86 756	422
5 640	768	33 277	998	54 785	293	87 808	419
6 064	185	33 278	999	54 819	684	88 289	1046
6 150	311	33 498	1018	55 749	1022	88 649	458
6 843	346, 1000	33 678	448	55 764	474	88 651	459
6 947	41	33 840	1010	56 625	303	88 652	463
8 359	995	34 101	540	57 613	787	89 045	565
8 596	255	35 264	196	57 698	224	89 148	487
9 548	809	35 267	376	57 715	443	89 467	425
10 263	260	35 268	356	58 299	264	89 708	1036
11 066	361, 363	35 269	188	58 795	1020	90 035	468
11 879	350	35 272	322	59 032	281	90 036	468
12 388	709	35 275	320, 322	60 034	267	90 341	458
13 163	118	36 922	771	60 446	323	90 805	578
14 566	765	37 030	40	60 447	610	90 806	499
16 112	445	37 119	195	60 450	445	91 347	457
18 082	759	37 137	379	61 811	452	91 348	954
18 454	271	38 532	146	62 164	302	91 905	677
19 037	569	38 809	329	62 460	660	91 984	800
19 041	372	38 990	782	62 643	341	91 987	575
20 407	587	40 067	959	62 968	665	91 988	490
21 118	42	40 080	961	63 438	660	92 478	1028
21 119	191	40 163	653	63 635	454	92 479	510
21 182	550	40 676	654	63 722	451	93 304	522
24 849	81	41 720	266	64 081	299	94 840	409
24 957	761	42 440	592	64 085	608	94 842	852
25 031	42	42 740	121	64 086	659	95 766	464
25 175	553	43 640	208	66 207	684	95 769	523
25 239	180	45 320	210	67 113	491	95 770	584
26 486	43	46 701	278	67 815	325	95 772	415
27 037	85	46 861	284	70 348	666	96 996	619
27 038	889	47 147	285	72 215	456	97 122	501
27 671	195	47 777	203	73 001	618	97 502	853
28 151	318	47 780	151	75 044	453	97 671	171
28 290	646, 649	49 170	292	75 455	479	97 672	172
28 581	763	49 177	609	76 721	484	97 797	941
28 595	198	50 030	295	80 625	623	98 833	1031, 1033
29 829	140	50 506	297	81 418	129	99 193	506
29 835	448	51 799	290	81 937	492	99 497	977
29 999	1001	53 098	358	82 086	392	99 927	949
30 449	199	53 099	617	82 087	394	101 836	525
30 496	261	53 882	661	82 122	418	101 957	532
30 705	773						

Belgische Patente.

Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite	Nr.	Seite
168 556	764	250 077	477	252 514	92	256 877	93
200 970	201	250 441	272	253 139	482	256 901	489
241 976	303	250 442	306	253 454	452	257 325	487
243 409	1037	250 816	158	253 537	483	257 581	484
243 694	341	251 000	792	253 805	158	259 137	487
245 524	342	251 118	307	253 831	158	259 219	560
245 532	50	251 128	307	253 945	684	259 495	392
247 209	864	251 191	889	254 219	325	262 367	821
247 552	476	251 256	713	254 511	155	262 989	890
247 992	417	251 405	479	255 026	32	263 133	108
248 315	158	251 829	481	255 192	793	263 359	157
249 325	665	252 405	444				

Niederländische Patente.

371	479	3 352	490	7 313	507	8 511	463
843	477	4 847	695	7 531	740	8 739	1033
1 739	443, 444	6 010	565	8 065	510	8 930	465
2 089	107	6 978	422	8 351	695	8 953	470
2 207	492						

Schwedische Patente.

34 229	1022	49 623	523	53 680	575	55 202	422
44 992	287	50 864	565	54 031	499	56 863	423
48 270	408	53 679	507	54 974	852		

Norwegische Patente.

25 598	418	32 408	1031	33 997	852	35 210	422
29 748	690	33 733	565	34 294	578	35 298	970
29 763	692	33 734	507	34 532	1046	35 320	1036
30 398	1028	33 736	577	35 076	575	36 748	419
30 632	577	33 874	510				

Dänische Patente.

31 232	462	31 853	468
--------	-----	--------	-----

Kanadische Patente.

227 876	466	231 008	878	234 353	667	236 819	473
---------	-----	---------	-----	---------	-----	---------	-----

Die Kunstseide und andere seidenglänzende Fasern. Von Dr. techn.

Franz Reinthaler, a. o. Professor an der Hochschule für Welthandel, Wien.
Mit 102 Abbildungen im Text. VI, 166 Seiten. 1926. Gebunden RM 14.40

Inhaltsübersicht: Einleitung. Eigenschaften der Zellulose. Das Nitrozelluloseverfahren. Das Kupferoxydammoniakverfahren. Das Viskoseverfahren. Andere aus Spinnlösung hergestellte Erzeugnisse. Eigenschaften der Zelluloseseiden. Kunstseide aus Zelluloseverbindungen. Prüfung der Kunstseide. Die Stapelfaser. Verwendung der Kunstseide. Wirtschaftliches. Andere seidenglänzende Fasern.

Die Kunstseide auf dem Weltmarkt. Von Dr. **Martin Hölken jr.**, Ge-

schäftsführer der Hölken-Seide G. m. b. H. in Barmen. Mit 1 Diagramm im Text. IV, 82 Seiten. 1926. RM 3.90

Inhaltsübersicht: A. Einleitung. Geschichte und Technik der Kunstseidenerzeugung und das Problem der Surrogierung der Naturseide durch Kunstseide. B. Die weltwirtschaftliche Bedeutung der Kunstseide. I. Überblick über Produktion und Handel mit Kunstseide vor dem Kriege. 1. Deutschland. 2. Die übrigen Länder. II. Der Kunstseidenmarkt nach dem Kriege. 1. Allgemeine Übersicht über die Produktionsziffern von Kunstseide. 2. Produktion und Handel des Auslandes. a) Frankreich. b) Belgien. c) Die Schweiz. d) Italien. e) England. f) Die Vereinigten Staaten von Amerika. 3. Produktion und Außenhandel Deutschlands. C. Schluß: Die Aussichten der Kunstseidenindustrie auf dem Weltmarkt unter besonderer Berücksichtigung Deutschlands. Literaturverzeichnis.

Die mikroskopische Untersuchung der Seide mit besonderer Berücksichtigung der Erzeugnisse der Kunstseidenindustrie. Von Professor Dr. **Alois Herzog**, Vorsteher der Biologischen Abteilung am Deutschen Forschungsinstitut für Textilindustrie und Dozent an der Sächsischen Technischen Hochschule in Dresden. Mit 102 Abbildungen im Text und auf 4 farbigen Tafeln. VII, 197 Seiten. 1924. Gebunden RM 15.—

Inhaltsübersicht: Einleitung und Allgemeines über die wissenschaftliche und technische Prüfung der Seide. Mikroskopische Prüfungen. A. Untersuchungsmethoden. 1. Messung der Breite und Dicke der Fasern. 2. Zählung der Einzelfasern. 3. Prüfung der Querschnittverhältnisse. 4. Bestimmung des Titers von Kunstseide auf mikroskopischem Wege. 5. Lineare und quadratische Quellung. 6. Spezifisches Gewicht. 7. Drehung von Gespinsten. 8. Prüfung der Dicke, Einstellung und Bindung von Geweben. 9. Lichtbrechungsvermögen. 10. Untersuchungen im polarisierten Licht. 11. Glanz der Seide. 12. Ultramikroskopie. 13. Mikroskopische Zeichnung. 14. Mikrophotographie. 15. Sammlung von mikroskopischen Präparaten. 16. Verzeichnis der zu mikrochemischen Prüfungen nötigen Reagenzien. B. Spezielle Betrachtung der wichtigsten natürlichen und künstlichen Seiden. 17. Verfahren zur Unterscheidung von natürlicher und künstlicher Seide. (Gruppentrennung.) 18. Die wichtigsten natürlichen und künstlichen Seiden. I. Naturseide. II. Kunstseide. Anhang. Namenverzeichnis. Sachverzeichnis.

Die neuzeitliche Seidenfärberei. Handbuch für Seidenfärbereien, Färbereischulen und Färbereilaboratorien. Von Dr. **Hermann Ley**, Färbereichemiker.

Mit 13 Textabbildungen. VI, 160 Seiten. 1921. RM 6.—

Technologie der Textilveredelung. Von Professor Dr. **Paul Heermann**, früher Abteilungsleiter der Textilabteilung am Staatlichen Materialprüfungsamt in Berlin-Dahlem. Zweite, erweiterte Auflage. Mit 204 Textabbildungen und einer Farbentafel. XII, 656 Seiten. 1926. Gebunden RM 33.—

Betriebseinrichtungen der Textilveredelung. Von Professor Dr. **Paul Heermann** in Berlin-Dahlem und Ingenieur **Gustav Durst**, Fabrikdirektor in Konstanz a. B. Zweite Auflage von „Anlage, Ausbau und Einrichtungen von Färberei-, Bleicherei- und Appretur-Betrieben“ von Dr. Paul Heermann. Mit 91 Textabbildungen. VI, 164 Seiten. 1922. Gebunden RM 7.50

Mechanisch- und physikalisch-technische Textiluntersuchungen. Von Professor Dr. **Paul Heermann**, Abteilungsleiter der Textilabteilung am Staatl. Materialprüfungsamt in Berlin-Dahlem. Zweite, vollständig umgearbeitete Auflage. Mit 175 Abbildungen im Text. VIII, 270 Seiten. 1923. Gebunden RM 12.—

Färberei- und textilchemische Untersuchungen. Anleitung zur chemischen Untersuchung und Bewertung der Rohstoffe, Hilfsmittel und Erzeugnisse der Textilveredelungsindustrie. Von Professor Dr. **Paul Heermann**, Abteilungsleiter der Textilabteilung am Staatl. Materialprüfungsamt in Berlin-Dahlem. Vereinigte vierte Auflage der „Färbereichemischen Untersuchungen“ und der „Koloristischen und textilchemischen Untersuchungen“. Mit 8 Textabbildungen. X, 370 Seiten. 1923. Gebunden RM 15.—

Praktikum der Färberei und Druckerei. Für die chemisch-technischen Laboratorien der Technischen Hochschulen und Universitäten, für die chemischen Laboratorien höherer Textil-Fachschulen und zum Gebrauch im Hörsaal bei Ausführung von Vorlesungsversuchen. Von Dr. **Kurt Brass**, a. o. Professor der Technischen Hochschule Stuttgart, an der Chemischen Abteilung des Technikums und des Forschungs-Instituts für Textil-Industrie, Reutlingen. Mit 4 Textabbildungen. VI, 86 Seiten. 1924. RM 3.30

Taschenbuch für die Färberei mit Berücksichtigung der Druckerei. Von **R. Gnehm**. Zweite Auflage, vollständig umgearbeitet und herausgegeben von Dr. **R. v. Muralt**, Dipl.-Ing.-Chemiker, Zürich. Mit 50 Abbildungen im Text und auf 16 Tafeln. VII, 220 Seiten. 1924. Gebunden RM 13.50

Die Gaufrage. Das Einpressen von Mustern in Textilien, Papier, Leder, Kunstleder, Zelluloid, Gummi, Glas, Holz und verwandte Stoffe. Von **Wilhelm Kleinewefers**. Mit 59 Textabbildungen. 117 Seiten. 1925. Gebunden RM 15.—

Kenntnis der Wasch-, Bleich- und Appreturmittel. Ein Lehr- und Hilfsbuch für technische Lehranstalten und die Praxis von Ing.-Chemiker **Heinrich Walland**, Professor an der Technisch-Gewerblichen Bundeslehranstalt, Wien I. Zweite, verbesserte Auflage. Mit 59 Textabbildungen. X, 337 Seiten. 1925. Gebunden RM 16.50

Technik und Praxis der Kammgarnspinnerei. Ein Lehrbuch, Hilfs- und Nachschlagewerk von Direktor **Oskar Meyer**, Spinnerei-Ingenieur zu Gera-Reuß, und **Josef Zehetner**, Spinnerei-Ingenieur, Betriebsleiter in Teichwolframsdorf bei Werdau i. Sa. Mit 235 Abbildungen im Text und auf einer Tafel sowie 64 Tabellen. XI, 420 Seiten. 1923. Gebunden RM 20.—

Betriebspraxis der Baumwollstrangfärberei. Eine Einführung von **Fr. Eppendahl**, Chemiker. Mit 8 Textfiguren. VIII, 117 Seiten. 1920. RM 4.—

Die Unterscheidung der Flachs- und Hanffaser. Von Professor Dr. **Alois Herzog** in Dresden. Mit 106 Abbildungen im Text und auf 1 farbigen Tafel. Erscheint im Oktober 1926

Technologie der Textilfasern. Unter Mitarbeit bewährter Fachleute herausgegeben von Professor Dr. **R. O. Herzog** am Kaiser Wilhelm-Institut für Faserstoffchemie. In etwa 10 Bänden.

Zuerst werden erscheinen:

Die Bände über Hanf, künstliche organische Farbstoffe, Kunstfasern, Baumwolle.

Neue mechanische Technologie der Textilindustrie. Von Dr.-Ing. e. h. **G. Rohn** in Schönau bei Chemnitz. In drei Bänden nebst Ergänzungsband. Erster Band: **Die Spinnerei in technologischer Darstellung.** Mit 143 Textfiguren. XII, 186 Seiten. 1910. Vergriffen

Zweiter Band: **Die Garnverarbeitung.** Die Fadenverbindungen, ihre Entwicklung und Herstellung für die Erzeugung der textilen Waren. Ein Hand- und Hilfsbuch für den Unterricht an Textilschulen und technischen Lehranstalten sowie zur Selbstausbildung in der Faserstoff-Technologie. Mit 221 Textfiguren. XII, 168 Seiten. 1917.

Gebunden RM 5.—

Dritter Band: **Die Ausrüstung der textilen Waren.** Mit einem Anhang: Die Filz- und Wattenherstellung. Ein Hand- und Hilfsbuch für den Unterricht an Textilschulen und technischen Lehranstalten sowie zur Selbstausbildung in der Faserstoff-Technologie. Mit 196 Textfiguren. XX, 240 Seiten. 1918. Gebunden RM 7.—

Ergänzungsband: **Textilfaserkunde** mit Berücksichtigung der Ersatzfasern und des Faserstoffersatzes. Ein Hand- und Hilfsbuch für den Unterricht an Textilschulen und technischen Lehranstalten sowie für Textiltechniker, Landwirte, Volkswirtschaftler usw. Mit 87 Textfiguren. X, 94 Seiten. 1920. Gebunden RM 3.—

Der Betriebs-Chemiker. Ein Hilfsbuch für die Praxis des chemischen Fabrikbetriebes von Fabrikdirektor Dr. **Richard Dierbach**. Dritte, teilweise umgearbeitete und ergänzte Auflage von Chemiker Dr.-Ing. **Bruno Waeser**, Magdeburg. Mit 117 Textfiguren. X, 334 Seiten. 1921.

Gebunden RM 12.—

Chemie der organischen Farbstoffe. Von Dr. **Fritz Mayer**, a. o. Hon.-Professor an der Universität Frankfurt a. M. Zweite, verbesserte Auflage. Mit 5 Textabbildungen. VII, 265 Seiten. 1924. Gebunden RM 13.—

Die Chemie des Lignins. Von Privatdozent Dr. **Walter Fuchs**, Brunn.
XII, 328 Seiten. 1926. RM 18.—; gebunden RM 19.50

Die Herstellung und Verarbeitung der Viskose unter besonderer Berücksichtigung der Kunstseidenfabrikation. Von Ing.-Chemiker **Hans Eggert**. Mit 13 Textabbildungen. VI, 92 Seiten. 1926.
RM 6.60

Die Zellulose. Die Zelluloseverbindungen und ihre technische Anwendung. — Plastische Massen. Von **L. Clément** und **C. Rivière**, Ingenieur-Chemiker, Preisträger der Société d'Encouragement pour l'Industrie nationale. Deutsche Bearbeitung von Dr. Kurt Bratring. Mit 65 Textabbildungen. XVI, 275 Seiten. 1923. Gebunden RM 13.50

Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden. Unter Mitwirkung zahlreicher Fachmänner herausgegeben von Ingenieur-Chemiker Dr. **Ernst Berl**, Professor der Technischen Chemie und Elektrochemie an der Technischen Hochschule zu Darmstadt. Siebente, vollständig umgearbeitete und vermehrte Auflage. In 4 Bänden.

Erster Band: Mit 291 in den Text gedruckten Figuren und einem Bildnis.
XXXII, 1100 Seiten. 1921. Gebunden RM 36.—

Zweiter Band: Mit 313 in den Text gedruckten Figuren. XLIV, 1412 Seiten.
1922. Gebunden RM 48.—

Dritter Band: Mit 235 in den Text gedruckten Figuren und 23 Tafeln.
XXXI, 1362 Seiten. 1923. Gebunden RM 44.—

Vierter Band: Mit 125 in den Text gedruckten Figuren. XXV, 1139 Seiten.
1924. Gebunden RM 40.—

Fortschritte der Teerfarbenfabrikation und verwandter Industriezweige. Dargestellt an Hand der systematisch geordneten und mit kritischen Anmerkungen versehenen Deutschen Reichs-Patente, begründet von **P. Friedlaender**, fortgeführt von Professor Dr. **Hans Ed. Fierz-David**, Zürich. Pharmazeutischer Teil, bearbeitet von Dr. **Max Dohrn**, Charlottenburg.

I. Teil. 1877—1887 Unveränderter Neudruck 1920	RM 73.—
II. Teil. 1887—1890 Unveränderter Neudruck 1921	RM 73.—
III. Teil. 1890—1894 Unveränderter Neudruck 1920	RM 121.—
IV. Teil. 1894—1897 Unveränderter Neudruck 1920	RM 161.—
V. Teil. 1897—1900 Unveränderter Neudruck 1922	RM 147.—
VI. Teil. 1900—1902 Unveränderter Neudruck 1920	RM 161.—
VII. Teil. 1902—1904 Unveränderter Neudruck 1921	RM 100.—
VIII. Teil. 1905—1907 Unveränderter Neudruck 1921	RM 161.—
IX. Teil. 1908—1910 Unveränderter Neudruck 1921	RM 161.—
X. Teil. 1910—1912 Unveränderter Neudruck 1921	RM 161.—
XI. Teil. 1912—1914 Unveränderter Neudruck 1921	RM 161.—
XII. Teil. 1914—1916 Unveränderter Neudruck 1922	RM 140.—
XIII. Teil. 1916—1. Juli 1921. 1923	RM 150.—
XIV. Teil. 1. Juli 1921 bis 31. Januar 1925. 1926	RM 196.—