

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

88724

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

MKP D01c 5/00

Zgłoszono: 24.04.74 (P. 170573)

Pierwszeństwo: 25.04.73 Republika
Federalna
Niemiec

Int. Cl.² D01C 5/00

Zgłoszenie ogłoszono: 02.06.74

Opis patentowy opublikowano: 31.08.1977

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: I. W. S. Nominee Company Limited, Londyn
(Wielka Brytania)

Sposób karbonizowania naturalnych lub syntetycznych materiałów celulozowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób karbonizowania naturalnych lub syntetycznych materiałów celulozowych, występujących w postaci mieszaniny lub zanieczyszczeń w wełnie i/lub włóknach syntetycznych nie ulegających karbonizowaniu.

Karbonizowanie w środowisku wodnym substancji celulozowych występujących w materiałach włókienniczych zwłaszcza w wełnie, jest procesem znanym. Proces ten jest jednak uciążliwy, ponieważ wymaga dość długiego czasu, a poza tym zobojętnianie wełny po karbonizowaniu w środowisku wodnym, zwłaszcza w przypadku ciężkich, gęstych materiałów, jest trudne do prowadzenia. Na skutek karbonizowania mogą też ulegać pewnym zmianom fizyczne i chemiczne właściwości wełny. Określenie „karbonizowanie wełny” nie jest wprawdzie ścisłe, ale jest stosowane w prawie wszystkich publikacjach technicznych i naukowych.

Zadaniem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu karbonizowania materiałów celulozowych, przy którego stosowaniu produkt poddawany procesowi nie ulegałby niepożądanym zmianom i który umożliwiłby prowadzenie procesu karbonizowania i niezbędnej obróbki dodatkowej w ciągu krótkiego czasu.

Przedmiotem wynalazku jest sposób karbonizowania naturalnych lub syntetycznych materiałów celulozowych, występujących w postaci domieszek lub zanieczyszczeń w wełnie i/lub włóknach syn-

2

tetycznych nie ulegających karbonizowaniu. Cechą tego sposobu jest to, że produkt poddawany karbonizowaniu traktuje się roztworem bezwodnego kwasu w obojętnym rozpuszczalniku organicznym, po czym wyciska i suszy, a w razie potrzeby klepie, płucze i suszy.

Pod określeniem materiały celulozowe dające się karbonizować rozumie się zgodnie z wynalazkiem takie materiały, które ulegają zniszczeniu przy stosowaniu znanego procesu karbonizowania w roztworze wodnym i które stanowią niepożądane materiały towarzyszące, zawarte w produkcie poddawany karbonizowaniu. Najważniejszym takim artykułem jest wełna zawierająca pewne organiczne substancje towarzyszące, które ulegają zniszczeniu, w procesie karbonizowania. Oprócz wełny materiał taki może zawierać lub też może składać się wyłącznie z włókien sztucznych, np. poliestrowych, które przez karbonizowanie uwalnia się od niepożądanych organicznych substancji towarzyszących, np. włókien bawełnianych.

W odróżnieniu od procesów znanych, karbonizowanie sposobem według wynalazku prowadzi się nie w środowisku wodnym, lecz w zasadniczo bezwodnym roztworze bezwodnego kwasu w obojętnym rozpuszczalniku organicznym. Nieoczekiwanie stwierdzono, że traktowanie substratu roztworem w organicznym rozpuszczalniku, a nie w roztworze wodnym, znacznie ułatwia proces karbonizowania. Skracą się czas karbonizowania i obróbki dodat-

kowej, a zwłaszcza ułatwia się płukanie. Poza tym, z procesem karbonizowania można łączyć inne zabiegi, niezbędne przy obróbce wełny.

Zgodnie z wynalazkiem jako bezwodne kwasy można do karbonizowania stosować w zasadzie wszystkie kwasy nieorganiczne lub organiczne, które niszczą składniki niepożądane, zawarte w substracie, a równocześnie nie działają w sposób wyraźnie szkodliwy na substrat. Ze względów gospodarczych i ze względu na szybkie działanie na karbonizowane składniki, szczególnie korzystnie jest stosować kwasy mineralne, a zwłaszcza chlorowódz. Można jednak stosować również kwasy organiczne, np. kwas dwuchlorooctowy a zwłaszcza kwas trójchlorooctowy.

Jako organiczne rozpuszczalniki stosuje się takie, które są obojętne względem użytego kwasu i substratu poddawane karbonizowaniu. Z tych względów szczególnie korzystnymi rozpuszczalnikami są węglowodory, zwłaszcza nasycone węglowodory alifatyczne, np. heksan lub heptan. W celu uniknięcia wybuchów i pożarów należy stosować zwłaszcza takie rozpuszczalniki (i kwasy), które nie są zapalne lub zapalają się z trudnością, a mianowicie zwłaszcza węglowodory chlorowane, korzystnie węglowodory alifatyczne. Przykładami takich rozpuszczalników są: czterochloroetylen, trójchloroetylen, 1,1,1-trójchloroetan itp. lub ich mieszaniny.

Stosowanie takich rozpuszczalników umożliwia wytwarzanie homogenicznych, organicznych roztworów kwasowych, które zwłaszcza pod wpływem ciepła, atakują nieoczekiwanie szybko, to znaczy karbonizują, materiały celulozowe. Przy pracy na skalę techniczną szczególnie odpowiednim rozpuszczalnikiem jest czterochloroetylen, zwłaszcza ze względu na dostatecznie wysoką temperaturę wrzenia, dzięki czemu można prowadzić proces w wysokiej temperaturze, a poza tym dlatego, że rozpuszcza on dostateczną ilość chlorowodoru, który jest szczególnie odpowiednim kwasem. Poza tym, czterochloroetylen można łatwo wytwarzać na dużą skalę techniczną w postaci bezwodnej i oczyszczać go. Czterochloroetylen wrze pod normalnym ciśnieniem w temperaturze około 120°C i w normalnej temperaturze 1 litr czterochloroetylenu rozpuszcza około 0,09 mola chlorowodoru.

Proces według wynalazku można prowadzić w temperaturze pokojowej, ale korzystniej jest działać na substrat roztworem kwasu w organicznym rozpuszczalniku w temperaturze podwyższonej, a to w celu skrócenia czasu karbonizowania, to jest szybszego zniszczenia materiałów celulozowych. Górną granicę temperatury stanowi oczywiście ta temperatura, w której stosowany substrat, np. wełna, nie ulega wyraźnemu uszkodzeniu. Ogólnie biorąc, karbonizowanie można prowadzić w temperaturze do około 70°C, korzystnie do około 50°C, nie uszkadzając przy tym wełny lub innych substratów.

Zasadniczo te same względy bierze się pod uwagę przy ustalaniu stężenia kwasu w roztworze do karbonizowania. Ogólnie biorąc, dostatecznie szybkie karbonizowanie osiąga się stosując roztwór impregnacyjny zawierający w 1 litrze 0,01—0,5 mo-

la, korzystnie 0,05—0,1 mola kwasu. Szczególnie korzystnie jest stosować roztwór zawierający w 1 litrze rozpuszczalnika 0,03—0,3 mola kwasu. Górną granicę stężenia kwasu w rozpuszczalniku stanowi między innymi rozpuszczalność kwasu w rozpuszczalniku, zwłaszcza przy rozpuszczaniu bezwodnych kwasów nieorganicznych, takich jak chlorowódz. Kwas i organiczny rozpuszczalnik należy przeto oczywiście dobierać tak, aby rozpuszczalnik zawierał dostateczną ilość rozpuszczonego kwasu.

Czas trwania procesu karbonizowania zależy zwłaszcza od niszczącego działania kwasu na niepożądane materiały celulozowe, stężenia kwasu i stosowanej temperatury. Proces karbonizowania, to jest traktowania substratu roztworem kwasu w organicznym rozpuszczalniku, należy prowadzić tak długo, aż niepożądane materiały celulozowe zostaną zniszczone. Karbonizowanie w czasie dłuższym od tego jest oczywiście niepożądane, ponieważ ze względów gospodarczych czas ten powinien być możliwie krótki, a poza tym traktowanie substratu roztworem kwasu po zniszczeniu niepożądanych materiałów celulozowych nie daje żadnej korzyści, a nawet może powodować uszkodzenie substratu.

Konieczny czas karbonizowania sposobem według wynalazku jest nieoczekiwanie krótki w porównaniu z czasem trwania znanych procesów karbonizowania i wynosi około 0,2—10 korzystnie 1—5 minut. W większości przypadków, przy stosowaniu niezbyt wysokiej temperatury, do około 50°C, dostateczny efekt karbonizowania uzyskuje się w ciągu 1—3 minut, co oznacza duży postęp w porównaniu do procesów znanych, w których trzeba stosować znacznie dłuższy czas karbonizowania. Dalsza zaleta sposobu według wynalazku polega na tym, że zubożnianie prowadzone po karbonizowaniu jest znacznie łatwiejsze do prowadzenia niż w przypadku znanego karbonizowania w środowisku wodnym.

Jak wyżej wspomniano, w procesie według wynalazku stosuje się roztwór bezwodnego kwasu w obojętnym rozpuszczalniku organicznym. W zasadzie roztwór nie powinien zawierać wcale wody, ale ze względów technicznych niekiedy nie można całkowicie wykluczyć nieznacznej zawartości wody w roztworze. Zawartość ta nie powinna jednak ogólnie biorąc wynosić więcej niż 1% wagi, a korzystnie nie więcej niż 0,02% wagowe. W razie potrzeby roztwór może zawierać stabilizatory, np. w celu uniknięcia polimeryzacji rozpuszczalnika, zwłaszcza przy stosowaniu czterochloroetyleny. Oczywiście stabilizatory takie należy dobierać, tak, aby nie wpływały szkodliwie na właściwości substratu.

Proces według wynalazku prowadzi się w ten sposób, że substrat poddawany obróbce, np. wełnę impregnuje się roztworem bezwodnego kwasu lub mieszaniny bezwodnych kwasów w obojętnym rozpuszczalniku organicznym i traktuje tym roztworem w podanej wyżej temperaturze i w ciągu wyżej wspomnianego czasu. Substrat wyciska się następnie mechanicznie i ewentualnie za pomocą wirówki, po czym suszy w celu odzyskania rozpuszczalnika.

Suszenie sprzyja przyspieszonemu działaniu kwasu na materiały celulozowe, które stają się łamliwe. Następnie substrat klepie się w celu usunięcia większości roślinnych zanieczyszczeń, po czym w razie potrzeby zobojętnia. Przy karbonizowaniu tkanin klepanie nie zawsze jest konieczne. Sposób według wynalazku nadaje się do karbonizowania materiałów włókienniczych, zwłaszcza wełny, we wszystkich postaciach, np. wełny potnej, czesanek, tkanin itp., a przede wszystkim do karbonizowania wełny zgrzebnej i tkanin. Karbonizowanie sposobem według wynalazku praktycznie biorąc nie zmienia fizycznych i chemicznych właściwości wełny.

Sposób według wynalazku ma między innymi tę zaletę, że umożliwia łączenie zabiegów obróbki substratu poddawanego karbonizowaniu. Proces według wynalazku może być tak prowadzony, że karbonizuje się nie odtłuszczone i nie pozbawioną klejki i/lub nie oczyszczonej wełnę. W takim przypadku równocześnie z karbonizowaniem można wełnę odtłuszczać, usuwać klejonek i/lub czyścić. Uniknięcie konieczności prowadzenia tych zabiegów oddzielnie stanowi poważną korzyść techniczną. Przy karbonizowaniu wełny zgrzebnej upraszcza się w ten sposób wyraźnie proces obróbki. W przypadku karbonizowania tkanin zwłaszcza zgrzebnych, odtłuszczenie tkaniny i usuwanie klejonek może być prowadzone w jednej operacji razem z karbonizowaniem, jak to uwidoczono w tabelicy 1. Proces według wynalazku ma również tę zaletę, że, umożliwia szybkie i równomierne nasycenie materiału rozpuszczalnikiem zawierającym kwas organiczny, jako środkiem do karbonizowania przed barwieniem.

Jak wyżej wspomniano, działanie kwasu na substrat ulega nasileniu podczas suszenia. Korzystny skutek osiąga się z reguły, jeżeli suszy się w ciągu do 30, a korzystnie do 15 minut. Temperatura suszenia nie powinna być oczywiście wyższa od temperatury, w której substrat ulega uszkodzeniu. Żądany skutek uzyskuje się susząc w temperaturze do 150°C, zwłaszcza w temperaturze 50—130°C. W przypadku wełny korzystnie stosuje się temperaturę około 100—120°C w przewietrzanej suszarni.

Dalszą zaletą sposobu według wynalazku jest to, że zobojętnianie prowadzone po karbonizacji jest łatwiejsze do prowadzenia niż przy stosowaniu sposobu karbonizacji w środowisku wodnym. Poza tym, ponieważ przy stosowaniu sposobu według wynalazku karbonizowany substrat zawiera bardzo mało kwasu, przeto można prowadzić proces barwienia bez uprzedniego zobojętniania. Barwi się bowiem z reguły przy prawie takiej samej wartości pH, jaką wykazuje karbonizowany substrat.

Szczególne korzyści procesu prowadzonego sposobem według wynalazku na skalę techniczną osiąga się wtedy, gdy substrat poddawany karbonizowaniu najpierw impregnuje się obojętnym rozpuszczalnikiem i następnie traktuje bezwodnym kwasem, zwłaszcza gazowym chlorowodorem. W takim bowiem przypadku nie trzeba stosować specjalnego urządzenia do przygotowywania roztworu bezwodnego kwasu w organicznym rozpuszczalniku i

można stosować zwykłą aparaturę do karbonizowania.

Proces według wynalazku prowadzi się szczególnie korzystnie stosując obojętny rozpuszczalnik organiczny, zwłaszcza czterochloroetylen, zawierający do 100 g/litr, korzystnie do 20 g/litr trioksanu. Jeżeli do karbonizowania wełny stosuje się taki rozpuszczalnik, to można uzyskać produkt o wyjątkowo małej rozpuszczalności w alkaliach i w wodorosiarczynie mocznika, a otrzymana karbonizowana wełna ma lepszą odporność na działanie ciepła.

Tabela 1

Różne zabiegi robocze przy barwieniu tkanin wymagających karbonizowania
Porównanie klasycznego układu wodnego z układem rozpuszczalnikowym według wynalazku

Układ wodny	Układ rozpuszczalnikowy według wynalazku
<p>Płukanie Odtłuszczenie</p> <p>Suszenie</p> <p>Barwienie</p> <p>Suszenie</p> <p>Zakwaszanie</p> <p>Karbonizowanie</p> <p>Zobojętnianie</p> <p>Suszenie</p> <p>Obróbka końcowa</p>	<p>Odtłuszczenie Zakwaszanie</p> <p>Suszenie i karbonizowanie</p> <p>Barwienie</p> <p>Suszenie</p> <p>Obróbka końcowa</p>

Wynalazek jest bliżej wyjaśniony w następujących przykładach.

Przykład I. Po nasyceniu czterochloroetylenem gazowym chlorowodorem do stężenia HCl w roztworze wynoszącego 0,08 mola/litr, do roztworu wprowadza się wełnę i pozostawia w temperaturze 50°C na okres 1 minuty. Następnie materiał wyciska się i suszy w przewietrzanej suszarni w temperaturze 105—110°C w ciągu 10 minut, po czym klepie wełnę w znanym urządzeniu w celu usunięcia roślinnych zanieczyszczeń, które uległy karbonizacji. Następnie płucze się karbonizowaną wełnę w czystej wodzie o temperaturze 20°C lub zobojętnia roztworem zawierającym w 1 litrze 5 g węglanu sodowego i następnie płucze wodą o temperaturze 20°C, po czym suszy się materiał w ciągu 10 minut w temperaturze 85—90°C.

Właściwości chemiczne tak karbonizowanej wełny porównuje się z właściwościami takiej samej wełny, która była karbonizowana w środowisku wodnym w obecności kwasu siarkowego. Wyniki podano w tabelicy 2.

Tablica 2

	Karbonizowanie w środowisku wodnym	Karbonizowanie w środowisku rozpuszczalnika
Zawartość kwasu w % po karbonizowaniu	6,8	0,82
Zawartość kwasu w % po karbonizowaniu i płukaniu wodą o temperaturze 40°C w ciągu 2 minut	3,2	0,4
Zawartość kwasu w % po karbonizowaniu i zobojętnianiu węglanem sodowym 5 g/litr	0	0,1
Rozpuszczalność w alkaliach (%)	26,1	20,8

Wyniki te świadczą o tym, że w procesie prowadzonym sposobem według wynalazku zwykle wypłukanie wełny wodą wystarcza dla usunięcia głównej części kwasów znajdujących się na materiale, przy czym zawartość kwasu rzędu 0,4% jest do przyjęcia i wełna taka nie ulega zmianom podczas składowania. Poza tym, jak wykazało badanie rozpuszczalności w alkaliach, rozkład wełny powodowany przez kwas podczas karbonizowania jest znacznie mniejszy niż przy obróbce w środowisku rozpuszczalnika.

Przykład II. W przykładzie tym prowadzi się karbonizowanie czesanki w środowisku rozpuszczalnika, w celu oznaczenia z dużą dokładnością

fizycznych i chemicznych zmian, jakim ulega wełna podczas tego procesu. W próbie tej prowadzi się tylko karbonizowanie, bez klepania i zobojętniania.

Postępuje się w sposób analogiczny do opisanego w przykładzie I, ale suszy się w ciągu 10 minut w temperaturze 105°C. Procesowi karbonizowania poddaje się wełnę o względnej wilgotności 65% i wełnę suszoną uprzednio w temperaturze 105°C w ciągu 80 minut, gdyż duże powinowactwo chlorowodoru do wody mogłoby dać podstawę do zmian wełny. Otrzymane wyniki podano w tablicy 3.

Tablica 3

Materiał	Przed karbonizowaniem		Po karbonizowaniu	
	zawartość % kwasu	rozpuszczalność w alkaliach	zawartość % kwasu	rozpuszczalność w alkaliach
Wełna o względnej wilgotności 65%				
Czas impregnowania	0,1	16,0		
30 sekund	—	—	1,8	15,5
60 sekund	—	—	1,4	16,6
Wełna suszona				
Czas impregnowania	0,1	15,1	0,31	15,6
30 sekund			0,31	15,6
60 sekund			0,37	14,9

Stwierdzono, że wilgotna wełna absorbowała więcej kwasu niż wełna sucha, przy czym jak to wykazuje rozpuszczalność w alkaliach, w żadnym z tych przypadków wełna nie uległa zmianom.

Następnie oznaczono względne wydłużenie pojedynczych włókien w stanie wilgotnym pod naprężeniem oraz wytrzymałość włókna. Wyniki nie wykazują żadnej wyraźnej różnicy statystycznej po-

między wełną karbonizowaną sposobem według wynalazku i wełną nie poddaną tej obróbce.

Przykład III. W przykładzie tym karbonizowano materiały wełniane przed barwieniem, w celu potwierdzenia, że obróbka materiału sposobem według wynalazku przebiega równomiernie i nie ma ujemnego wpływu na jakość końcowego wytworzenia. Przy karbonizowaniu tkanin w wodnym

środowisku występują natomiast bardzo często nieregularności, które powodują złą równomierność wybarwienia, co też jest powodem, że karbonizowanie dotychczas prowadzi się zwykle po procesie barwienia.

Impregnowanie materiału roztworem chlorowodoru w czterochloroetylenie oraz suszenie prowadzono w różnych warunkach, aby zbadać wpływ

czasu impregnowania i czasu suszenia na jakość wytwarzania. Obie niżej podane próbki (1 i 2) porównano z punktu widzenia ich właściwości barwniczych z samą tkaniną (próbka 4), jak również z takim samym materiałem, który nasyceno czystym czterochloroetylenem i przed barwieniem suszono w ciągu 5 minut w temperaturze 120°C (próbka 8). Różne przeprowadzone zabiegi różnice zestawiono w tablicy 4.

Tablica 4

Próbka	Czas impregnowania 0,06 n HCl w czterochloroetylenie	Wyciskanie %	Czas suszenia w temperaturze 120°C	Barwienie
1	30 sekund	200	2 minuty	Barwnik: błękit alizarynowy R(2%) Stosunek kąpieli 1:20 Urządzenie „Linitest” Materiał wprowadzono w temperaturze 40°C po czym ogrzано do 90°C i w tej temperaturze barwiono w ciągu 60 minut, następnie płukano wodą i suszono.
2	2 minuty	200	5 minut	
3	2 minuty *)	200	5 minut	
4	—	—	—	

*) Impregnowano samym czterochloroetylenem.

Aczkolwiek żadna z obu próbek karbonizowanych (1 i 2) przed barwieniem nie była płukana wodą ani zobjętniana, to wybarwienie było równomierne i nie stwierdzono żadnej różnicy w porównaniu z oboma tkaninami stosowanymi w próbach kontrolnych. Barwnik błękit alizarynowy R

(Himmiblau-Alizarin R) wybrano z uwagi na jego wrażliwość na mocne kwasy.

Przykład IV. W celu określenia zmian, którym ulega bawełna podczas karbonizowania w środowisku rozpuszczalnika, określano stopień po-

Tablica 5

Próbka	Czas impregnowania (sekundy)	Normalność roztworu HCl w czterochloroetylenie	Czas suszenia w temperaturze 120°C (minuty)	Stopień polimeryzacji
1. nie traktowana	—	—	—	2477
2. nie traktowana suszona	—	—	2	2625
3. karbonizowana	15	0,04	2	234
4. karbonizowana	30	0,03	1	234
5. karbonizowana	30	0,03	2	234
6. karbonizowana	60	0,06	1	216
7. karbonizowana	120	0,04	2	221

Uwaga: Wszystkie karbonizowane próbki materiału wyciskano przed suszeniem, przy czym stopień wyciskania wyniósł około 200%.

limeryzacji różnych prób. Próby te miały wykazać, w jakim stopniu bawełna ulega rozkładowi przy stosowaniu sposobu według wynalazku. Warunki prowadzenia prób i wyniki podano w tablicy 5.

Przykład V. Proces karbonizowania prowadzi się dwustopniowo. Wełnianą tkaninę najpierw impregnuje się czterochloroetylenem i następnie wyciska, uzyskując efekt wyciskania 100—150%, jak podano w tablicy 6. Impregnowany materiał umieszcza się następnie na okres 10 minut w komorze nasyconej gazowym chlorowodorem, po czym suszy się w temperaturze 120°C w ciągu 10 minut. Stwierdzono, że na skutek karbonizowania barwa wełny nie uległa zmianie, a rozpuszczalność po obróbce jest taka, jak w przypadku prowadzenia procesu jednostopniowego. Wyniki podano w tablicy 6.

Tablica 6

Próba	Skutek wyciskania (%)	Rozpuszczalność w alkaliach (%)	Zawartość wulnego kw. su (%)
Wełna nie poddawana procesowi	—	11,8	—
Wełna karbonizowana	103	12,6	1,2
Wełna karbonizowana	132	12,1	1,5
Wełna karbonizowana	150	12,3	1,3

Przykład VI. Wełnę traktuje się w ciągu 1 minuty w temperaturze 20°C mieszaniną czterochloroetyleny z trioksanem w ilościach podanych w tablicy 7, po czym suszy się w temperaturze 120°C w ciągu 1 minuty. Wyniki podano w tablicy 7.

Tablica 7

Zawart. trioksanu g/litr	Wełna po karbonizowaniu					Odporność na działanie ciepła								
	A.C. %	A.S. %	A.S. korygow. %	U.B.S. %	U.B.S. korygow. %	1 godz. w temp. 150°			1 godz. w temp. 130°, z wodą pod ciśnieniem			30 sekund w temp. 250°		
						A.C. %	A.S. %	A.S. % koryg.	A.C. %	A.S. %	A.S. % koryg.	A.C. %	A.S. %	A.S. % koryg.
5	1,9	6,4	4,5	7,0	5,2	1,7	8,5	6,9	1,4	8,2	6,9	2,0	9,9	8,0
10	2,5	5,4	3,9	2,4	0	1,8	6,6	4,8	1,5	5,6	4,2	2,1	6,7	5,7
5	2,3	6,5	2,9	3,0	0,9	1,8	6,2	4,4	1,5	4,2	3,2	2,2	6,5	4,4

A.C. oznacza zawartość kwasu

A.S. oznacza rozpuszczalność w alkaliach

U.B.S. oznacza rozpuszczalność w wodoro siarczynie mocznika

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób karbonizowania naturalnych lub syntetycznych materiałów celulozowych, występujących w postaci mieszaniny lub zanieczyszczeń w wełnie i/lub włóknach syntetycznych nie ulegających karbonizacji, znamienny tym, że substrat poddawany karbonizowaniu traktuje się roztworem bezwodnego kwasu w bezwodnym rozpuszczalniku organicznym po czym wyciska i suszy, a w razie potrzeby klepie, płucze i suszy.

2. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że traktowanie prowadzi się w temperaturze normalnej.

3. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że traktowanie prowadzi się w temperaturze podwyższonej do około 70°C, korzystnie około 50°C.

4. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że traktowanie prowadzi się w ciągu 0,2—10 minut, korzystnie w ciągu 1—5 minut.

5. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że jako rozpuszczalnik stosuje się węglowodór, korzystnie nasycony węglowodór alifatyczny.

6. Sposób według zastr. 1 lub 5, znamienny tym, że jako rozpuszczalnik stosuje się chlorowany węglowodór, korzystnie alifatyczny.

7. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że jako kwas stosuje się kwas mineralny, zwłaszcza chlorowódór.

8. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że jako kwas stosuje się kwas organiczny, zwłaszcza kwas trójchlorooctowy.

9. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że do traktowania stosuje się roztwór zawierający 1 litr rozpuszczalnika kwasu w ilości 0,01—0,5 mola, korzystnie 0,05—0,1 mola.

10. Sposób według zastr. 1, znamienny tym, że karbonizowaniu poddaje się wełnę nie odtłuszczoną, nie pozbawioną klejówki i/lub nie oczyszczoną.

11. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że poddany traktowaniu substrat suszy się w ciągu do 30, korzystnie do 15 minut.

12. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces suszenia prowadzi się w temperaturze do 150°C, korzystnie w temperaturze 50—130°C.

13. Sposób karbonizowania naturalnych lub syntetycznych materiałów celulozowych, występujących w postaci mieszaniny lub zanieczyszczeń w wełnie i/lub włóknach syntetycznych nie ulegają-

cych karbonizacji, **znamienny tym**, że substrat poddawany karbonizowaniu najpierw impregnuje się obojętnym rozpuszczalnikiem organicznym i następnie traktuje bezwodnym kwasem, zwłaszcza gazowym chlorowodorem.

14. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że stosuje się obojętny rozpuszczalnik organiczny, zwłaszcza czterochloroetylen, zawierający do 100 g, korzystnie do 20 g trioksanu w 1 litrze.