



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00211**

(22) Data de depozit: **24/03/2015**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **26/02/2021** BOPI nr. **2/2021**

(41) Data publicării cererii:
30/09/2016 BOPI nr. **9/2016**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
TEXTILE ȘI PIELĂRIE - BUCUREȘTI,
STR. LUCREȚIU PĂTRĂȘCANU NR. 16,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **POPESCU ALINA, ȘOS. BERCENI NR. 41,
BL. 108, SC. 1, ET. 3, AP. 11, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **TOMA DOINA, STR. LT. AUREL BOTEA
NR. 9, BI.B5, SC. 1, AP. 15, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **CHIRILA LAURA, SAT FILIOARA,
COMUNA AGAPIA, NT, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 817325 B2; CN 102704274 (A)

(54) **PROCEDEU ECOLOGIC DE FINISARE A MATERIALELOR
TEXTILE DIN FIBRE CELULOZICE ARTIFICIALE CU
CONȚINUT DE MATERIALE CU SCHIMBARE DE FAZĂ,
NEÎNCAPSULATE ÎN AMESTEC CU FIBRE DE BUMBAC**



1 Invenția se referă la un procedeu de finisare a materialelor textile, cu proprietăți de
termoreglare a temperaturii corpului, realizate din fibre celulozice artificiale cu conținut de
3 materiale cu schimbare de fază neîncapsulate (PCM) în amestec cu fibre de bumbac, care
să asigure pe de o parte limitarea pierderii conținutului de materiale cu schimbare de fază
5 din compoziția fibroasă și pe de altă parte să limiteze scăderea valorilor rezistenței la rupere
pe parcursul procesului tehnologic de finisare.

7 Finisarea materialelor textile poate fi definită ca fiind totalitatea operațiilor tehnologice
care să asigure îmbunătățirea proprietăților materialelor textile, respectiv aspectul, confortul,
9 durabilitatea și funcționalitatea acestora. Majoritatea operațiilor de finisare textilă pot fi reali-
zate pe parcursul întregului flux tehnologic de prelucrare textilă: în fibră, pală, fir, țesătură,
11 tricot și confecție, dominând însă finisarea materialelor sub formă de țesătură sau tricot. În
formă simplificată, un flux tehnologic de finisare textilă cuprinde următoarele operații: pregă-
13 tirea sau prelucrarea preliminară, vopsirea sau imprimarea și finisarea finală.

Procedeele clasice de prelucrare preliminară, vopsire și finisare finală a materialelor
15 textile diferă în funcție de compoziția fibroasă a acestora și includ mai multe etape de tratare,
cele care au relevanță pentru invenția propusă fiind următoarele:

17 - fierberea alcalină: se aplică exclusiv materialelor textile care au în compoziția
fibroasă fibre celulozice naturale în cotă de participare majoritară și are ca scop îndepărtarea
19 impurităților necelulozice (pectine, hemiceluloză, lignină, ceruri), a substanțelor auxiliare folo-
site în fluxul de fabricație (filare, bobinare, țesere) sau a unor impurități accidentale;

21 - albirea: se aplică pentru îmbunătățirea gradului de alb al materialelor textile din fibre
celulozice naturale sau în cazul în care se aplica vopsiri ulterioare în culori deschise și se
23 realizează prin decolorarea (oxidarea) pigmentilor naturali și prin îndepărtarea impurităților
remanente care nu au fost îndepărtate în fazele anterioare de prelucrare, mecanice și
25 chimice;

27 - vopsirea: se aplică materialelor textile pentru obținerea de proprietăți de substanțe
colorate, prin aplicarea de coloranți;

29 - uscarea: eliminarea apei remanente din materialele textile, după centrifugare, cu
ajutorul energiei termice, prin evaporarea umidității și îndepărtarea vaporilor formați.

Procedeele clasice de prelucrare preliminară în faze succesive sunt eficiente din
31 punctul de vedere al îndepărtării impurităților necelulozice, tehnologice, accidentale, a hidro-
filiei, a gradului de alb, a uniformității vopsirii ulterioare, dar prezintă următoarele dezavantaje
33 în cazul în care sunt aplicate pe materiale textile cu conținut de PCM neîncapsulat:

35 - diminuarea excesivă a conținutului de PCM din compoziția fibroasă și implicit
diminuarea efecului de termoreglare a temperaturii corpului, datorită multitudinii de flote de
tratare cu produse chimice, la temperaturi ridicate și a multitudinii de operații de clătire
37 intermediare care preced fiecare operație tehnologică;

39 - diminuarea caracteristicilor fizico-mecanice a materialelor textile finite, datorită
flotelor de tratare cu alcalinitate ridicată;

41 - consum ridicat de energie (temperatură și durată mare de tratare);

43 - consum ridicat de apă necesar pentru fiecare etapă a procesului tehnologic și
pentru clătirile repetate;

45 - generarea de ape reziduale cu alcalinitate ridicată și implicit cu impact negativ
asupra mediului înconjurător.

47 Pe plan mondial există fibre celulozice artificiale funcționalizate, cu denumirea comer-
cială Cell Solution Clima, realizate printr-o tehnologie patentată de către Institutul TITK din
Thuringia, Germania, care sunt sintetizate prin filare umedă iar PCM-urile sunt incorporate
direct în soluția celulozică de filare, fără a fi încapsulate. Aceste fibre, pot fi utilizate în
49 amestec cu alte fibre naturale și/sau artificiale și/sau sintetice, pentru realizarea de materiale
textile cu proprietăți de termoreglare a temperaturii corpului.

Pentru finisarea materialelor textile cu conținut de PCM neîncapsulat, cu proprietăți de termoreglare a temperaturii corpului, trebuie să se acorde o importanță deosebită fiecărei operații ce intervine în fluxul tehnologic de finisare, astfel încât PCM-urile din compoziția fibrelor celulozice artificiale să nu fie eliminate prin procedurile de finisare, vopsire sau finisare finală aplicate.

Operațiile clasice de prelucrare preliminară a materialelor textile cu conținut majoritar de bumbac, se desfășoară în majoritatea cazurilor în mediu apos, la temperaturi ridicate și presupun folosirea de produse chimice auxiliare diverse, de exemplu: agenți de umectare, spălare, dispersare, albire, stabilizatori de albire, produse de protejare a fibrei, agenți anticute etc. Această multitudine de produse chimice auxiliare devine justificată având în vedere cerințele care se impun materialelor textile cu conținut majoritar de bumbac, respectiv: îndepărtarea produselor de încheiere, îndepărtarea impurităților aderente fibrei, extragerea impurităților necelulozice din interiorul fibrei, hidrofilia ridicată, degradarea oxidativă sau reductivă a impurităților colorate, îndepărtarea produselor de extracție și reacție. Toate aceste cerințe nu pot fi satisfăcute cu un singur tip de produs chimic sau printr-un procedeu unic. Operațiile clasice de prelucrare preliminară, aplicate pe materiale textile cu conținut de PCM neîncapsulat în amestec cu fibre de bumbac, determină eliminarea excesivă a PCM-urilor din fibră și micșorarea capacității de termoreglare, respectiv scăderea căldurii latente cu 30-40%, dacă acestea sunt aplicate fără o selecție a produselor chimice auxiliare și a parametrilor tehnologici. Operația de prelucrare termică intermediară sau finală (uscarea) poate determina eliminarea PCM-urilor din fibră, datorită temperaturilor mari la care se realizează. În acest caz se impune stabilirea unui raport optim între temperatura și durata de desfășurare, precum și evitarea suprauscării.

Literatura de specialitate descrie în brevetul **US 8173257 B2** fibre de vâscoză pe bază de material celulozic regenerat și un material cu schimbare de fază neîncapsulat care are o temperatură de tranziție în domeniul de la 0° la 100°C dispersat în material, care asigură reglarea termică prin absorbția sau eliberarea căldurii latente la temperatura de tranziție. De asemenea, în cererea de brevet **CN 102704274 (A)**, este descris un material textil cu termoreglare care se obține prin adăugarea unui amestec de catalizator, clorură de magneziu hexahidrat și acid citric ca și a unui agent de reticulare, dimetilol dihidroxi-etilen uree, în soluția de polietilen glicol pentru a se obține o soluție de impregnare care se aplică pe o țesătură de bumbac conținând celuloză și polietilen glicol, prin metoda de depunere și impregnare prin reticulare și finisare.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în asocierea materiilor prime cu etapele de procedeu de finisare și condițiile de lucru în procesul de finisare a materialelor textile cu proprietăți de termoreglare, astfel încât să se asigure limitarea pierderilor de materiale cu schimbare de fază și caracteristici de rezistență a materialului.

Procedeul ecologic de finisare a materialelor textile din fibre celulozice artificiale cu conținut de materiale cu schimbare de fază neîncapsulate în amestec cu fibre de bumbac conform invenției, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că, suporturile textile se tratează în două băi distincte, fără clătiri intermediare între băile de tratare, acestea conținând soluții apoase, astfel:

a. Baia 1: 0,5-1% produs tensioactiv neionic cu spumare redusă pe bază de poliglicol eter derivat de alcool gras, 0,5-1,5% produs anionic donor de oxigen activ pe bază de amestecuri de acizi organici și anorganici și săruri organice, având un conținut de acid citric < 1,5%, 1-2,4% NaOH 48°Be, 3,5-5% H₂O₂ 50%, la temperatura de 95...110°C, timp de 15-30 min;

b. Baia 2: 0,1-0,4 ml/l produs de neutralizare pe bază de acizi organici cu un conținut de 50...60% acid citric, pentru ajustarea pH-ului până la valoarea 7 și 0,2-0,4% catalază, la temperatura de 50°C, timp de 10 min, urmată de 1a. vopsirea în aceeași flotă prin adaos de coloranți reactivi, NaCl și Na₂CO₂ în funcție de concentrația de colorant utilizată, urmând diagrama temperatură-durată caracteristică pentru colorantul reactiv utilizat.

Într-o variantă preferată, procedeul conform invenției constă în aceea că, după operațiile de clătire finală și centrifugare se realizează uscarea pe rama de uscare la temperatura de 130°C, timp de 2-3 min, cu pasaj de răcire în ultimul câmp al ramei de uscat.

Pentru realizarea procedeului conform invenției a fost necesară stabilirea produselor chimice auxiliare din flotele de prelucrare preliminară, a concentrației acestora, a succesiunii în care se adaugă produsele auxiliare, a parametrilor de lucru, a metodei de aplicare, precum și stabilirea parametrilor de lucru pentru operația de prelucrare termică, astfel încât să se asigure un conținut rezidual de impurități scăzut, capacitatea de umectare corespunzătoare în vederea obținerii de vopsiri ulterioare uniforme, influențe minime asupra caracteristicilor de rezistență la tracțiune și asupra căldurii latente, diminuarea alcalinității flotelor reziduale, scăderea consumului de energie electrică și termică, scăderea consumului de apă necesar procesului tehnologic în ansamblu.

Procedeul ecologic de finisare a materialelor textile din fibre celulozice artificiale cu conținut de PCM neîncapsulat în amestec cu fibre de bumbac conform invenției, se realizează prin epuizare, pe aparate tip haspel, jigher sau jet.

Invenția prezintă următoarele avantaje, comparativ cu un procedeu clasic de tratare alcalină la cald - albire - vopsire - uscare:

- valori mai mari ale caracteristicilor fizico-mecanice și a căldurii latente pentru materialele textile finite;

- reducerea consumului de produse chimice auxiliare cu 63%, a apei cu 65%, a energiei electrice cu 46%, a gazelor cu circa 70% și a manoperei cu circa 50%;

- reducerea costurilor de depoluare a apelor reziduale prin scăderea cu până la 50% a concentrației de NaOH din proces și reducerea volumului de apă reziduală care trebuie epurată.

Se dau în continuare două exemple nelimitative de realizare a invenției.

Exemplul 1

Un tricot din 70% bumbac și 30% fibre Cell Solution Clima, cu masa 170 ± 5 g/m² este tratat pe un aparat tip jet, la temperatura de 40°C, 10 min cu o soluție apoasă ce conține 0,5-1% produs tensioactiv neionic cu spumare redusă pe bază de poliglicol eter derivat de alcool gras, 0,5-1,5% produs anionic donor de oxigen activ pe bază de amestecuri de acizi organici și anorganici și săruri organice, asimilat cu produsul comercial Sirrix SB, produs de Archroma, 1-2,4% NaOH 48°Be, 3,5-5% H₂O₂ 50%, la un raport de flota de 1:10. Se crește temperatura cu 4°C/min până la temperatura de 95°C și se menține constantă durata de 30 min. Se evacuează flota și se încarcă a doua baie de tratare, fără a se clăti în prealabil materialul textil, cu o soluție apoasă ce conține: 0,1-0,4 ml/l produs de neutralizare pe bază de acizi organici, asimilat cu produsul comercial Sirrix NE, produs de Archroma, pentru ajustarea pH-ului până la valoarea 7 și 0,2-0,4% catalază. Se crește temperatura cu 1-1,5°C/min până la temperatura de 50°C și se menține constantă 10 min, timp în care are loc reacția de descompunere a reziduului de peroxid de hidrogen de pe materialul textil. Apoi, se adaugă în aceeași flotă colorantul reactiv în funcție de culoarea dorită și în funcție de concentrația acestuia se adaugă concentrațiile recomandate de NaCl și Na₂CO₂, urmând diagrama temperatură-durată caracteristică pentru colorantul reactiv utilizat. Se evacuează flota de vopsire, după care tricotul este clătit cu apă la 50°C, durata 10 min, neutralizat cu

RO 131398 B1

o soluție apoasă de 1 ml/l CH_3COOH 60% la temperatura de 50°C, durată 10 min, săpunit cu 1-2 ml/l produs tensioactiv neionic cu spumare redusă pe bază de poliglicol eter derivat de alcool gras la temperatura de 98°C, durată 10 min și clătit consecutiv cu apă la temperatura de 70°C, 40°C și apă rece, durată 10 min fiecare clătire. În final tricotul se centrifughează și se usucă pe rama de uscare la temperatura de 130°C, durată 2-3 min, cu pasaj de racire în ultimul câmp al ramei de uscat.

Tricotul din 70% bumbac și 30% fibre Cell Solution Clima prelucrat în acest mod prezintă:

- caracteristici fizico-mecanice îmbunătățite față de varianta tratată clasic în faze succesive (tratare alcalină la cald - albire - vopsire - uscare), respectiv valori cu peste 70% mai ridicate ale forței de rupere pe direcția orizontală SR EN ISO 13934-02 - Metoda Grab) și cu peste 60% pe direcția verticală, valori cu peste 15% mai ridicate ale alungirii la rupere pe direcția orizontală (SR EN ISO 13934-02 - Metoda Grab) și cu peste 20% pe direcția verticală și valori cu peste 80% mai ridicate ale rezistenței la abraziune (SR EN ISO 12947-2/2002 metoda NU MARTINDALE);

- pierderea conținutului de materiale cu schimbare de fază pe parcursul procesului tehnologic de finisare este limitată la maxim 20% (procedura de laborator de măsurare a caldurii latente prin calorimetrie cu scanare diferențială, DSC), comparativ cu procesul clasic în faze succesive, unde pierderea conținutului de materiale cu schimbare de fază poate să ajungă la 30-40%;

- caracteristici de confort corespunzătoare destinației produsului finit (lenjerie de corp), respectiv: rezistența termică sub 0,040 m²K/W (SR EN 31092/A1/2013) și rezistența la vapori de apă în regim staționar sub 6 m²Pa/W (SR EN 31092/A1/2013).

Exemplul 2

Un tricot din 70% bumbac și 30% fibre Cell Solution Clima, cu masă 170 ± 5 g/m² este tratat pe un aparat tip jet, la temperatura de 40°C, 10 min cu o soluție apoasă ce conține 0,5-1% produs tensioactiv neionic cu spumare redusă pe bază de poliglicol eter derivat de alcool gras, 0,5-1,5% produs anionic donor de oxigen activ pe bază de amestecuri de acizi organici și anorganici și săruri organice, asimilat cu produsul comercial Sirrix SB, produs de Archroma, 1-2,4% NaOH 48°Be, 3,5-5% H₂O₂ 50%, la un raport de flotă de 1:10. Se crește temperatura cu 4°C/min până la temperatura de 105°C și se menține constantă durată de 15 min. Se evacuează flota și se încarcă a doua baie de tratare, fără a se clăti în prealabil materialul textil, cu o soluție apoasă ce conține: 0,1-0,4 ml/l produs de neutralizare pe bază de acizi organici, asimilat cu produsul comercial Sirrix NE, produs de Archroma, pentru ajustarea pH-ului până la valoarea 7 și 0,2-0,4% catalază. Se crește temperatura cu 1-1,5°C/min până la temperatura de 50°C și se menține constantă 10 min, timp în care are loc reacția de descompunere a rezidului de peroxid de hidrogen de pe materialul textil. Apoi, se adaugă în aceeași flotă colorantul reactiv în funcție de culoarea dorită și în funcție de concentrația acestuia se adaugă concentrațiile recomandate de NaCl și Na₂CO₃, urmând diagrama temperatură-durată caracteristică pentru colorantul reactiv utilizat. Se evacuează flota de vopsire, după care tricotul este clătit cu apă la 50°C, durată 10 min, neutralizat cu o soluție apoasă de 1 ml/l CH_3COOH 60% la temperatura de 50°C, durată 10 min, săpunit cu 1-2 ml/l produs tensioactiv neionic cu spumare redusă pe bază de poliglicol eter derivat de alcool gras la temperatura de 98°C, durată 10 min și clătit consecutiv cu apă la temperatura de 70°C, 40°C și apă rece, durată 10 min fiecare clătire. În final tricotul se centrifughează și se usucă pe rama de uscare la temperatura de 130°C, durată 2-3 min, cu pasaj de răcire în ultimul câmp al ramei de uscat.

RO 131398 B1

1 Tricotul din 70% bumbac si 30% fibre Cell Solution Clima prelucrat în acest mod
prezintă:

3 - caracteristici fizico-mecanice îmbunătățite față de varianta tratată clasic în faze
5 succesive (tratare alcalină la cald - albire - vopsire - uscare), respectiv valori cu peste 75%
7 mai ridicate ale fortei de rupere pe direcția orizontală (SR EN ISO 13934-02 - Metoda Grab)
și cu peste 55% pe direcția verticală, valori cu peste 10% mai ridicate ale alungirii la rupere
9 pe direcția orizontală (SR EN ISO 13934-02 - Metoda Grab) și cu peste 15% pe direcția
verticală și valori cu peste 100% mai ridicate ale rezistenței la abraziune (SR EN ISO 12947-
2/2002 metoda NU MARTINDALE);

11 - pierderea conținutului de materiale cu schimbare de fază pe parcursul procesului
tehnologic de finisare este limitată la maximum 20% (procedura de laborator de măsurare
13 a căldurii latente prin calorimetrie cu scanare diferențială, DSC), comparativ cu procesul
clasic în faze succesive, unde pierderea conținutului de materiale cu schimbare de fază
poate să ajungă la 30-40%;

15 - caracteristici de confort corespunzătoare destinației produsului finit (lenjerie de
corp), respectiv: rezistență termică sub 0,040 m²K/W (SR EN 31092/A1/2013) și rezistență
17 la vapori de apă în regim staționar sub 6 m²Pa/W (SR EN 31092/A1/2013).

	1
1. Procedeu ecologic de finisare a materialelor textile din fibre celulozice artificiale cu conținut de materiale cu schimbare de fază neîncapsulate în amestec cu fibre de bumbac, caracterizat prin aceea că , suporturile textile se tratează în două băi distincte, fără clătiri intermediare între băile de tratare, acestea conținând soluții apoase, astfel:	3
a. Baia 1: 0,5-1% produs tensioactiv neionic cu spumare redusă pe bază de poliglicol eter derivat de alcool gras, 0,5-1,5% produs anionic donor de oxigen activ pe bază de amestecuri de acizi organici și anorganici și săruri organice, având un conținut de acid citric < 1,5%, 1-2,4% NaOH 48°Be, 3,5-5% H ₂ O ₂ 50%, la temperatura de 95...110°C, timp de 15-30 min;	5
b. Baia 2: 0,1-0,4 ml/l produs de neutralizare pe bază de acizi organici cu un conținut de 50...60% acid citric, pentru ajustarea pH-ului până la valoarea 7 și 0,2-0,4% catalază, la temperatura de 50°C, timp de 10 min, urmată de vopsirea în aceeași flotă prin adaos de coloranți reactivi, NaCl și Na ₂ CO ₂ în funcție de concentrația de colorant utilizată, urmând diagrama temperatură-durăță caracteristică pentru colorantul reactiv utilizat.	7
2. Procedeu conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că , după operațiile de clătire finală și centrifugare se realizează uscarea pe rama de uscare la temperatura de 130°C, durata 2-3 min, cu pasaj de răcire în ultimul câmp al ramei de uscat.	9
	11
	13
	15
	17
	19
	21

