



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 01277

(22) Data de depozit: 30.11.2011

(41) Data publicării cererii:  
30.08.2013 BOPI nr. 8/2013

(71) Solicitant:  
• UNIVERSITATEA TEHNICĂ  
"GHEORGHE ASACHI" DIN IAȘI,  
BD.PROF.D.MANGERON NR.67, IAȘI, IS,  
RO

(72) Inventatori:  
• RACU CRISTINA, STR.A.PANU NR.23,  
BLOC MUNTENIA, SC.B, ET.8, AP.23, IAȘI,  
IS, RO;

• GRIGORIU AURELIA, STR.SF.LAZĂR  
NR.11, BL. J 1-2, SC.J 2, ET.3, AP.13, IAȘI,  
IS, RO;  
• COGEANU ANA-MARIA,  
STR. MIRCEA CEL BĂTRÂN NR. 4, BL. B2,  
SC. A, ET. 9, AP. 49, IAȘI, IS, RO;  
• DIACONESCU RODICA MARIANA,  
STR. SĂRĂRIE NR. 134A, IAȘI, IS, RO

(54) METODĂ DE OPTIMIZARE A PROCESULUI SIMULTAN DE  
FILARE UMEDĂ-GREFARE A FIBRELOR LIBERIENE

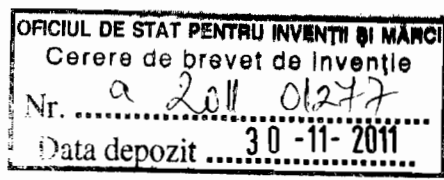
(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor fire liberiene, destinate realizării unor textile cu proprietăți antimicrobiene. Procedeul conform invenției constă din tratarea alcalină, albirea semitortului, urmată de filarea umedă a fibrelor, simultan cu etapa de fulardare a grefării suportului cu monoclortriazinil-beta-

ciclodextrină, cu fixare termică, după care, în final, firele tratate sunt condiționate, din care rezultă fire având o densitate de lungime de 72 tex.

Revendicări: 6





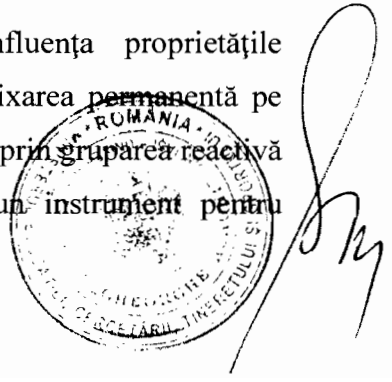
**METODĂ DE OPTIMIZARE A PROCESULUI SIMULTAN DE FILARE  
UMEDĂ-GREFARE A FIBRELOR LIBERIENE**

Invenția se referă la o metodă de optimizare a procesului simultan de filare umedă-grefare a fibrelor de cânepă și de in pentru obținerea de fire destinate realizării de textile cu proprietăți antimicrobiene și aparține domeniului textil.

Una dintre posibilitățile de modificare chimică a materialelor textile este fixarea permanentă a ciclodextrinelor (CD) pe fibre. Deoarece CD nu au toxicitate și protejează mediul înconjurător și-au deschis o cale pentru noi aplicații în industria textilă [1-9]. Prin recunoașterea moleculară și legarea selectivă a coloranților, parfumurilor și a produselor farmaceutice, CD dau posibilitatea obținerii de materiale cu proprietăți utile cum ar fi reducerea mirosurilor neplăcute sau eliberarea controlată de medicamente [10].

CD sunt formate în timpul degradării enzimatică a amidonului și sunt oligozaharide ciclice naturale [11]. O caracteristică a structurii CD este distribuția specifică a grupelor hidrofilice și hidrofobe [12]. CD au o formă de trunchi de con cu grupe hidroxilice la exterior ce determină o bună solubilitate în apă [13]. Cavitata interioră este hidrofobică formând în soluție o matrice hidrofobică într-un mediu hidrofilic.

$\beta$ -ciclodextrinele ( $\beta$ -CD) sunt oligozaharide ciclice cu 7 unități  $\alpha$ -(1,4)- D(+)-glucopiranozice [13,14] și au 21 de grupe hidroxilice care pot suferi diferite modificări chimice (eterificare, esterificare, sulfonare etc.) pentru a influența proprietățile macrociclului fără a afecta abilitatea de complexare a CD [15,16]. Fixarea permanentă pe fibrele celulozice este posibilă prin utilizarea de agenți de reticulare sau prin gruparea reactivă monoclorotriazinil [4]. Monoclorotriazinil- $\beta$ -CD (MCT- $\beta$ -CD) este un instrument pentru



modificarea la scară nanometrică a suprafeței fibrelor deoarece atomii reactivi de clor ai grupelor triazinil pot reacționa cu reziduurile nucleofilice cum ar fi grupările hidroxilice. MCT-β-CD se comportă ca un colorant reactiv și poate fi grefat pe suprafața fibrelor celulozice printr-un proces convențional fulardare-uscare-fixare termică (pad-dry-cure) [17].

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în optimizarea procedurii cumulat de filare umedă a fibrelor de cânepă și în și grefare superficială nanometrică a compusului reactiv MCT-β-CD.

Metoda conform invenției urmărește pentru prima dată obținerea firelor de in/cânepă grefate cu derivatul reactiv MCT-β-CD, filate din semitort fiert și albit, fire care au grad de grefare și caracteristici fizico-mecanice îmbunătățite și corespunzătoare destinației finale de textile cu proprietăți antimicrobiene [18-20].

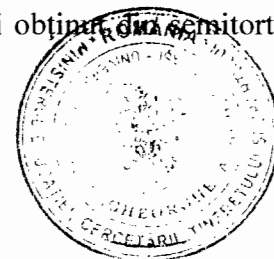
Tratarea chimică a semitortului (fierberea alcalină sau albirea) este utilă pentru îndepărtarea substanțelor însoțitoare ale fibrelor de in sau de cânepă, ajutând la individualizarea fibrelor tehnice, la filarea în condiții bune a semitortului și la obținerea unui fir corespunzător din punct de vedere calitativ [21]. Pentru a obține o înmuiere suficientă a substanțelor necelulozice care unesc fibrele elementare ale fibrelor tehnice este posibil ca la filare să se încălzească soluția până la 60°C, însă în cazul prelucrării semitortului tratat chimic soluția poate fi la temperatura camerei deoarece fibrele de in sau de cânepă sunt curățate.

Varianta de tratare chimică a semitortului este mai indicată decât cea de aplicare a operațiilor de curățare alcalină sau de albire firului, respectiv după operația de filare. La avantajele legate de scurtarea fluxului tehnologic, prin eliminarea operațiilor suplimentare de bobinare moale și rebobinare, se adaugă posibilitatea filării semitortului cu apă rece, eliminându-se în felul acesta consumul suplimentar de energie necesar încălzirii apei.

La scară industrială, invenția are ca aplicație potențială obținerea de textile cu finisare antimicrobială (prosoape, cuverturi, lenjerie, îmbrăcăminte). După procesul de modificare a materialelor textile grefate prin includerea de compuși antimicrobieni, creșterea microorganismelor în cavitățile microscopice ale fibrelor este împiedicată.

Procedul conform invenției prezintă avantajul că este relativ ușor de realizat: tratarea chimică a semitortului, filarea umedă din semitort fiert sau albit - pe o mașină de filat umed simultan cu grefarea - printr-o tehnică de tip fulardare-uscare-fixare termică (pad-dry-cure). În urma aplicării acestei metode de optimizare a procesului simultan de filare umedă-grefare a fibrelor liberiene gradul de grefare crește cu 1,3% în cazul firului obținut din semitort tratat alcalin și cu 5,8% în cazul firului obținut din semitort albit.

Se dau în continuare două variante de realizare a invenției:



### Varianta 1

S-au realizat pe mașina de filat umed fire albite din 100% cânepă, cu densitatea de lungime medie de 72 tex.

Fuiorul de cânepă de sort superior a fost prelucrat pe mașina de pieptănat vertical, pe mașina de format benzi și pe dubleză, în vederea obținerii de benzi uniforme din 100% materie primă naturală. A urmat apoi uniformizarea și subțierea benzilor pe laminoare cu câmp simplu de ace specifice prelucrării fuiorului, formarea semitortului pe flaiorul cu furcă activă, albirea semitortului și filarea în stare udă simultan cu grefarea, prin trecerea semitortului prin cuva cu soluție de MCT-β-CD.

Albirea semitortului a presupus o etapă de tratare alcalină la cald cu NaOH și Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> în prezența Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> și a Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> timp de 60 minute. Au urmat apoi trei spălări cu apă la temperaturi descrescătoare, respectiv 15 minute la 80<sup>0</sup>C-90<sup>0</sup>C, 10 minute la 60<sup>0</sup>C-70<sup>0</sup>C și 10 minute la 30<sup>0</sup>C-40<sup>0</sup>C. Următoarea etapă a durat 30 minute și a presupus o acidulare cu HCl la 50<sup>0</sup>C. Au urmat apoi două spălări cu apă la temperaturi descrescătoare, respectiv 15 minute la 40<sup>0</sup>C-50<sup>0</sup>C și 10 minute la 20<sup>0</sup>C-30<sup>0</sup>C. Următoarea etapă a fost cea de albire propriu-zisă cu H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> în prezența Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaOH și a Na<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>3</sub> timp de 90 de minute. Etapa finală a fost cea de spălare cu apă la temperaturi descrescătoare, respectiv 15 minute la 80<sup>0</sup>C-90<sup>0</sup>C, 10 minute la 70<sup>0</sup>C-80<sup>0</sup>C și 10 minute la 30<sup>0</sup>C-40<sup>0</sup>C.

Procedeul presupune filarea umedă a semitortului de cânepă albit simultan cu grefarea MCT-β-CD pe fibre. Semitortul cu densitatea de lungime de 333 tex a fost filat pe o mașină de filat în stare udă. Soluția de grefare a fost introdusă în cuva mașinii, la temperatura camerei, în vederea impregnării semitortului de cânepă pentru 5÷45 secunde. Cuvă a permis modificarea lungimii traseului parcurs de semitort în corelație cu timpul de umezire al acestuia, prin intermediul rolor de ghidare și prin modificarea cantității de soluție introdusă în cuvă. Concentrațiile soluțiilor au fost de 30...80 g/l MCT-β-CD și 10...100 g/l Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. După filare firele au fost uscate în etuvă. Fixarea a fost realizată în etuvă la temperaturi cuprinse între 90 și 150<sup>0</sup>C, timp de 5...15 minute în vederea finalizării grefării. Îndepărtarea excesului de reactivi a fost realizată prin spălări repetate calde și reci, până la atingerea unui pH de 6,5-7. A urmat apoi uscarea la temperatura camerei și condiționarea la 20...22<sup>0</sup>C și umiditatea de 65%.

Caracteristicile fizico-mecanice (tenacitatea, alungirea la rupere și coeficienții lor de variație) ale firelor filate în diferite condiții (diferite durate de umezire și diferite concentrații ale MCT-β-CD), obținute în urma procedurii conform invenției, au fost măsurate în acord cu metodologia standardizată, stabilindu-se condițiile optime de filare.



om

Pentru a obține caracteristici fizico mecanice optime pentru un fir albit din 100% cânepă, coeficienți de variație ai acestor caracteristici cât mai mici și un grad de grefare optim pentru operațiile de includere care vor urma este necesar să se stabilească pentru filarea umedă a semitortului albit simultan cu grefarea, o durată de înmuiere de 31-35 secunde și o concentrație a soluției de 34-47 g/l de MCT- $\beta$ -CD. Concentrația soluției de MCT- $\beta$ -CD poate crește până la 65-85 g/l dacă se dorește obținerea unui grad de grefare mărit.

### Varianta 2

S-au realizat pe mașina de filat umed fire cu densitatea de lungime medie de 74 tex, din 100% cânepă, filate din semitort tratat alcalin. Fierberea semitortului a presupus o etapă de tratare alcalină la cald cu NaOH și Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> în prezența Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> și a Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> timp de 60 minute. Au urmat apoi trei spălări cu apă la temperaturi descrescătoare, respectiv 15 minute la 80<sup>0</sup>C-90<sup>0</sup>C, 10 minute la 60<sup>0</sup>C-70<sup>0</sup>C și 10 minute la 30<sup>0</sup>C-40<sup>0</sup>C.

Fazele de filare umedă și de grefare, realizate simultan, se efectuează ca în cazul variantei 1.

Pentru a obține caracteristici fizico mecanice optime pentru un fir tratat alcalin din 100% cânepă, coeficienți de variație ai acestor caracteristici cât mai mici și un grad de grefare optim pentru operațiile de includere care vor urma este necesar să se stabilească pentru filarea umedă a semitortului tratat alcalin simultan cu grefarea, o durată de înmuiere de 24-30 secunde și o concentrație a soluției de 31-32 g/l de MCT- $\beta$ -CD. Concentrația soluției de MCT- $\beta$ -CD poate crește până la 80 g/l dacă se dorește obținerea unui grad de grefare mărit.



## REVENDICĂRI

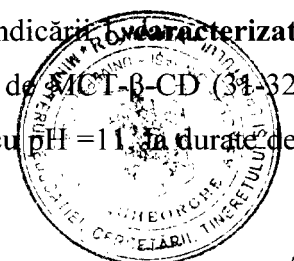
1. Procedeeul de obținere a unor fire liberiene tratate chimic (din in/câneapă), **caracterizat prin aceea că** se aplică semitortului tratat chimic în prealabil și se realizează în mod simultan, prin reunirea a două procese: filarea umedă a (din in/câneapă) și etapa de fulardare a grefării suportului cu monoclorotriazinil-β-ciclodextrină care aparține unei tehnici de tip fulardare-uscare-fixare termică.

3. Metoda de optimizare a procesului simultan de filare umedă – grefare prin realizarea albirii semitortului în prealabil **caracterizată prin aceea că** presupune următoarele etape: tratare alcalină la cald cu NaOH și Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> în prezența Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> și a Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> timp de 60 minute, trei spălări cu apă la temperaturi descrescătoare, respectiv 15 minute la 80<sup>0</sup>C-90<sup>0</sup>C, 10 minute la 60<sup>0</sup>C-70<sup>0</sup>C și 10 minute la 30<sup>0</sup>C-40<sup>0</sup>C, acidulare cu HCl la 50<sup>0</sup>C, 30 minute, două spălări cu apă la temperaturi descrescătoare, respectiv 15 minute la 40<sup>0</sup>C-50<sup>0</sup>C și 10 minute la 20<sup>0</sup>C-30<sup>0</sup>C, albire propriu-zisă cu H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> în prezența Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaOH și a Na<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>3</sub> timp de 90 de minute, spălare cu apă la temperaturi descrescătoare, respectiv 15 minute la 80<sup>0</sup>C-90<sup>0</sup>C, 10 minute la 70<sup>0</sup>C-80<sup>0</sup>C și 10 minute la 30<sup>0</sup>C-40<sup>0</sup>C.

4. Procedeeul de obținere a unor fire albite și grefate din 100% cânepă, cu densitatea de lungime de 72 tex, cu parametrii fizico-mecanici optimi, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** presupune următoarele etape: impregnare cu o soluție de MCT-β-CD (34-47 g/l; 65-85 g/l- pentru un grad de grefare mărit) și Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (10...100 g/l), cu pH =11, la durate de 31-35 secunde, stoarcere, filare umedă, uscare în etuvă (timp de 2...4 ore la temperaturi de 50...70°C), fixare termică în etuvă (timp de 5...15 minute la 90...150°C), spălări riguroase, uscare la temperatura camerei și condiționare într-o incintă de condiționare ( temperatura 20...22°C și umiditatea 65%).

5. Metoda de optimizare a procesului simultan de filare umedă – grefare prin realizarea tratării alcaline a semitortului în prealabil **caracterizată prin aceea că** presupune următoarele etape: tratare alcalină la cald cu NaOH și Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> în prezența Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> și a Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> timp de 60 minute, trei spălări cu apă la temperaturi descrescătoare, respectiv 15 minute la 80<sup>0</sup>C-90<sup>0</sup>C, 10 minute la 60<sup>0</sup>C-70<sup>0</sup>C și 10 minute la 30<sup>0</sup>C-40<sup>0</sup>C.

6. Procedeeul de obținere a unor fire fierte și grefate din 100% cânepă, cu densitatea de lungime de 74 tex, cu parametrii fizico-mecanici optimi, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** presupune următoarele etape: impregnare cu o soluție de MCT-β-CD (31-32 g/l; 80 g/l- pentru un grad de grefare mărit) și Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (10...100g/L), cu pH =11, la durate de



24-30 secunde, stoarcere, filare umedă, uscare în etuvă (timp de 2...4 ore la temperaturi de 50...70°C), fixare termică în etuvă (timp de 5...15 minute la 90...150°C), spălări riguroase, uscare la temperatura camerei și condiționare într-o incintă de condiționare (temperatura 20...22°C și umiditatea 65%).

