



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2015 00211

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

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

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

(72) Inventatori:
• POPESCU ALINA, SOS. BERGENI 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

(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**

(57) Rezumat:

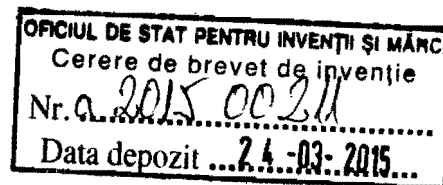
Invenția se referă la un procedeu de finisare a materialelor textile din fibre celulozice artificiale, cu conținut de materiale cu schimbare de fază, neîncapsulate în amestec cu fibre de bumbac. Procedeu conform invenției constă în tratarea suporturilor textile în două băi distincte, fără clătiri intermediare între băile de tratare, baia 1 conținând 0,5...1% produs tensioactiv neionic, pe bază de poliglicol eter derivat de alcool gras, 0,5...1,5% produs anionic donor de oxigen activ, 1...2,4% NaOH, 3,5...5% H₂O₂, la temperatura de

95...110°C, timp de 15...30 min, și baia 2 conținând 0,1...0,4 ml/l produs de neutralizare pentru ajustarea pH la 7, și 0,2...0,4% catalază, la temperatura de 50°C, durata de 10 min, urmată de vopsirea în aceeași flotă, după care se realizează operațiile de clătire finală și centrifugare, și, în final, 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 uscare.

Revendicări: 2



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



DESCRIERE

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 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 din compoziția fibroasă și pe de altă parte să limiteze scăderea valorilor rezistenței la rupere pe parcursul procesului tehnologic de finisare.

Finisarea materialelor textile poate fi definită ca fiind totalitatea operațiilor tehnologice care să asigure îmbunătățirea proprietăților materialelor textile, respectiv aspectul, confortul, durabilitatea și funcționalitatea acestora. Majoritatea operațiilor de finisare textilă pot fi realizate pe parcursul întregului flux tehnologic de prelucrare textilă: în fibră, pală, fir, țesătură, 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: pregătirea sau prelucrarea preliminară, vopsirea sau imprimarea și finisarea finală.

Procedeele clasice de prelucrare preliminară, vopsire și finisare finală a materialelor 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:

- 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 impurităților necelulozice (pectine, hemiceluloză, lignină, ceruri), a substanțelor auxiliare folosite în fluxul de fabricație (filare, bobinare, țesere) sau a unor impurități accidentale;
- albirea: se aplică pentru îmbunătățirea gradului de alb al materialelor textile din fibre celulozice naturale sau în cazul în care se aplică vopsiri ulterioare în culori deschise și se realizează prin decolorarea (oxidarea) pigmentilor naturali și prin îndepărtarea impurităților remanente care nu au fost îndepărtate în fazele anterioare de prelucrare, mecanice și chimice;
- vopsirea: se aplică materialelor textile pentru obținerea de proprietăți de substanțe colorate, prin aplicarea de coloranți;

- 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 punctul de vedere al îndepărtării impurităților necelulozice, tehnologice, accidentale, a hidrofiliei, a gradului de alb, a uniformității vopsirii ulterioare, dar prezintă următoarele dezavantaje în cazul în care sunt aplicate pe materiale textile cu conținut de PCM neîncapsulat:

- 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 intermediare care preced fiecare operație tehnologică;
- diminuarea caracteristicilor fizico-mecanice a materialelor textile finite, datorită flotelor de tratare cu alcalinitate ridicată;
- consum ridicat de energie (temperatură și durată mare de tratare);
- consum ridicat de apă necesar pentru fiecare etapă a procesului tehnologic și pentru clătirile repetate;
- generarea de ape reziduale cu alcalinitate ridicată și implicit cu impact negativ asupra mediului înconjurător.

Pe plan mondial există fibre celulozice artificiale funcționalizate, cu denumirea comercială 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 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 ex.: 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.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este 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, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că se realizează prin epuizare, pe aparate tip hașpel, jigher sau jet și folosește în prima baie 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, 1-2,4% NaOH 48°Bé, 3,5-5% H₂O₂ 50%, la temperatura de 95°-110°C, durata de 15-30 minute, urmată de golirea flotei și încărcarea celei de-a doua băi de tratare, fără clătirea prealabilă a materialului textil, cu o soluție apoasă ce conține: 0,1-0,4 mL/L produs de neutralizare pe bază de acizi organici pentru ajustarea pH-ului până la valoarea 7 și 0,2-0,4 % catalază, la temperatura de 50°C, durata 10 minute, urmată de 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. După operațiile de clătire finală și centrifugare se realizează uscarea pe rama de uscare la temperatura de 130°C, durata 2-3 minute, cu pasaj de răcire în ultimul câmp al ramei de uscat.

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 cca. 70%. și a manoperei cu cca. 50%;
- reducerea costurilor de depoluare a apelor reziduale prin scăderea cu până la 50% concentrației de NaOH din proces și reducerea volumului de apă reziduală care trebuie epurată.

Se dau în continuare exemple 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 minute 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, 1-2,4% NaOH 48°Bé, 3,5-5% H₂O₂ 50%, la un raport de flotă de 1:10. Se crește temperatura cu 4°C/min până la temperatura de 95°C și se menține constantă durata de 30 minute. 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 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 minute, 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 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 minute, neutralizat cu o soluție apoasă de 1 mL/L CH₃COOH 60% la temperatura de 50°C, durata 10 minute, 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, durata 10 minute și clătit consecutiv cu apă la temperatura de 70°C,

40°C și apă rece, durata 10 minute fiecare clătire. În final tricotel se centrifughează și se usucă pe rama de uscare la temperatura de 130°C, durata 2-3 minute, cu pasaj de răcire în ultimul câmp al ramei de uscat.

Tricotel 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 căldurii latente prin calorimetrie cu scanare diferențiată, 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 tricotel 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 minute 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, 1-2,4% NaOH 48°Bé, 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 durata de 15 minute. 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 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 minute, 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 tricotelul este clătit cu apă la 50°C, durată 10 minute, neutralizat cu o soluție apoasă de 1 mL/L CH₃COOH 60% la temperatura de 50°C, durată 10 minute, 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 minute și clătit consecutiv cu apă la temperatura de 70°C, 40°C și apă rece, durată 10 minute fiecare clătire. În final tricotelul se centrifughează și se usucă pe rama de uscare la temperatura de 130°C, durată 2-3 minute, cu pasaj de răcire în ultimul câmp al ramei de uscat.

Tricotelul 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 75% mai ridicate ale forței 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 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);
- 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 căldurii latente prin calorimetrie cu scanare diferențiată, 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).

REVENDICARI

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:
 - 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, 1-2,4% NaOH 48°Bé, 3,5-5% H₂O₂ 50%, la temperatura de 95°-110°C, durata de 15-30 minute;
 - Baia 2: 0,1-0,4 mL/L produs de neutralizare pe bază de acizi organici pentru ajustarea pH-ului până la valoarea 7 și 0,2-0,4 % catalază, la temperatura de 50°C, durata 10 minute, urmată de 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.
2. Procedeu conform revendicării 1 **caracterizat prin aceea că** după realizarea operațiilor de clătire finală și centrifugare se realizează uscarea pe rama de uscare la temperatura de 130°C, durata 2-3 minute, cu pasaj de răcire în ultimul câmp al ramei de uscat.