



FEDERÁLNY ÚRAD
PRE VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

271 725

(21) PV 3904-88.X
(22) Prihlásené 07 06 88

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
D 06 M 10/00

(40) Zverejnené 14 03 90
(45) Vydané 09 09 91

(75) Autor vynálezu ŠUTÁ ŠTEFÁNIA doc. ing. CSc.,
BLECHA JOZEF RNDr. CSc., BRATISLAVA,
PICHANIČOVÁ ELENA, BARDEJOV,
LODESOVÁ DANICA doc. ing. CSc., BRATISLAVA

(54) Plazmochemický spôsob aktivácie bavlnených
nití a textílií pre urýchlenie ich farbenia

(57) Riešenie sa týka aktivácie povrchu bavlnených nití a textílií pred farbením. Podstata riešenia spočíva v tom, že na aktivovaný povrch sa nechá pôsobiť nízkoteplotná plazma zmesi $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ (v pomere 4:1 až 1:1); pri výkone generátora plazmy 30 až 500 W, prietoku pracovného plynu (N_2 , Ar) $0,1 \text{ cm}^3/\text{s}$, pri celkovom tlaku v systéme od 100 do 600 Pa, prietoku zmesi $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ od 0,2 do $1,0 \text{ cm}^3/\text{s}$. Využíva sa pri tom vysoká aktivita tvorby záporných iónov v zmesi za prítomnosti vodných pár. Riešenie umožňuje dosiahnuť 80-90% využitie farbiva z farbivaceho kúpeľa proti 60% využitiu pri klasickom spôsobe aktivácie, pričom stupeň stálosti vyfarbenia je 5 podľa šedej stupnice proti pôvodnému stupňu 4 u klasických metód a doba farbenia sa skráti 7 až 10násobne voči dobe klasického farbenia.

Vynález sa týka plazmochemického spôsobu aktivácie bavlnených nití a textilií pre urýchlenie ich farbenia.

Klasické farbenie bavlnených nití a textilií je rozvinuté do štádia výbornej vyfarbiteľnosti výrobkov z neaktivovanej bavlny, a to s najrozmanitejšími druhmi farbív. V prevládajúcej väčšine postupov s použitím rôznych druhov farbív sa však nedosahuje dostatočné vyčerpanie kúpeľa i napriek dlhým farbiacim časom, čo je spojené s ekologickými problémami a v nemalej miere i s nedostatočným zhodnotením a využitím farbív. Za účelom vyriešenia týchto problémov sa pristúpilo k chemickej aktivácii celulózy. Jednalo sa o kationizáciu celulózy zlúčeninami odvodenými od imidazolu a kvartérnymi amóniovými soľami. Podrobnejšie sú tieto spôsoby popísané v čs. AO č. 211 444, 202 186, 219 527, 208 293, prípadne v publikácii Dvorský D., Čerňavský K.: Nové poznatky s využitím kationizácie pri farbení cel. vlákien a jejich smesí, Zborník XVII. celoštátni kolár. konferencie, DT Pardubice 1982.

V prípade vyfarbovania syntetických materiálov sa možno stretnúť okrem chemickej predúpravy aj s plazmochemickou predúpravou. Problematikou vyfarbovania syntetických materiálov sa zaoberá pomerne veľa publikovaných prác a patentov. Napríklad v EP 006 8775 podstatu farbiaceho procesu spočíva v rozrušení povrchovej vrstvy polyméru, vytvorení priehlbín schopných zakotviť krycí materiál organického polyméru, slúžiaciho ako nosič farbiva. Ďalší typ predúpravy povrchu syntetických materiálov v plazme zahŕňa ich úpravu expozíciou v plazme anorganického plynu pri zníženom tlaku pred alebo po nanosení špecifických spretočných materiálov. Plazmotvorným plynom je v tomto prípade oxidačná zmes anorganických plynov, obsahujúca aspoň 10% O_2 . Tento typ predúpravy popisuje napr. EP 0110416 A2. Zvyšovanie vyfarbiteľnosti nepolárnych polymérnych materiálov ich expozíciou v plazme obsahujúcej amíny popisuje GB 2188947 A. Predúprava môže byť spojená s predchádzajúcim plazmatickým leptaním v koróne.

Interakciou nízko- a strednotepnotnej plazmy s prírodnými i syntetickými materiálmi sa zaoberá pomerne veľa prác. Sú vo väčšine prípadov zamerané na sledovanie fyzikálnych a chemických zmien exponovaných povrchov. Pre informáciu uvádzame prehľadové práce Hollahan J. R., Bell A. T.: *Techniques and Applications of Plasma Chemistry*, Willey-Interscience, N.Y. 1974, *Plasma Polymerization and Plasma Treatment of Polymers*, ed. H. K. Yasuda, J. Appl. Polym. Sci. - Appl. Polym. Symp., 42, Willey and Sons, 1987, Ward T. L., Benerito R. R.: *Text. Res. J.*, 52, 4 (1982). S predúpravou bavlny jej expozíciou v plazme určitých definovaných vlastností za účelom urýchlenia farbenia sme sa v publikovaných prácach nestretli.

Nevýhodou všetkých spôsobov klasického farbenia bavlny je dlhý čas trvania procesu, pretože proces farbenia bavlny trvá 60 minút a viac. Kvalita vyfarbenia pritom nie je vysoká. Chemickou predúpravou sa zvýši kvalita vyfarbenia, využitie kúpeľa a doba farbenia sa skráti na 10 minút, avšak doba potrebná pre chemickú aktiváciu presahuje 60 minút. To znamená, že proces farbenia spolu s aktiváciou presahuje 70 minút. Treba podotknúť, že nevýhodou chemickej aktivácie je aj jej energetická náročnosť. Napriek určitému zvýšeniu využitia kúpeľa pri farbení chemicky aktivovanej bavlny (z 50 % pri neaktivovanej bavlny na 60 % pri farbení chemicky aktivovanej bavlny), je jeho využitie značne nízke, čo v konečnom dôsledku znamená vysoké percento farbiva v odpadových vodách.

Uvedené nevýhody chemickej aktivácie bavlny pred farbením sa odstraňujú plazmochemickým spôsobom aktivácie bavlnených nití a textilií podľa vynálezu, ktorého podstatu spočíva v tom, že sa povrch bavlnených vlákien a textilií pred farbením aktivuje nízko- a strednotepnotnou plazmou v prostredí zmesi $NH_3 + H_2O$ v pomere 4:1 až 1:1, pri výkone generátora plazmy od 30 do 500 W, prietoku pracovného plynu, napríklad N_2 , $Ar = 0,1 \text{ cm}^3/\text{s}$, pri celkovom tlaku v systéme od 100 do 600 Pa, prietoku zmesi $NH_3 + H_2O$ od 0,2 do 1,0 cm^3/s , za čas pôsobenia plazmy od 10 do 60 sekúnd. Na farbenie sa následne použije obvyklý farbiaci postup a kúpeľ s nezmeneným zložením s hydromodulom 1:10. Plazmochemickou aktiváciou

ciou podľa vynálezu sa tak 7 až 10 krát rýchlejšie dosiahne 1,5 krát vyššie vyčerpanie kúpeľa, ako pri chemickej aktivácii.

Spôsob urýchlenia farbenia podľa vynálezu je založený na aktivácii povrchu vlákien a textílií nízkoteplotnou plazmou vysokofrekvenčného výboja. Základným princípom urýchlenia farbenia je vytvorenie povrchu s aktivitou podobnou ako pri chemickej kationizácii. Interakcia plazmy s molekulami NH_3 spôsobuje ich štiepenie na radiály a tvorbu atomárneho, resp. molekulového dusíka vo vyšších excitovaných stavoch NH_2^* , NH^* , N^* , N^* , .../. Významnú úlohu pri modifikácii povrchu zohrávajú záporné ióny typu NO_3^- , NO_2^- , NO^- , N_2O^- , ktoré vznikajú veľmi intenzívne v trojčasticových zrážkach za prítomnosti molekuly H_2O /Smirnov B. M.: O ricateľný je jony, Moskva 1978/. Aktívne častice uvedeného typu interagujú s povrchom bavlny a vytvárajú aktívne centrá pre sorpciu farbiva na povrch. Vysoká vnútorná energia vytvorených centier urýchľuje a uľahčuje tvorbu chemických väzieb farbiva s vláknom. Použitie reaktívnych farbív zaručuje ich rýchlu difúziu z roztoku k takto aktivovanému povrchu bavlny. Uvedená plazmochemická aktivácia povrchu bavlny nízkoteplotnou plazmou v prostredí zmesi $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ zabezpečuje svojím pracovným postupom rovnomerné pôsobenie častíc plazmy na aktivovaný substrát a je vzhľadom na potrebný čas pôsobenia plazmy (10 až 60 sekúnd) časovo veľmi výhodný. Bezprostredne po aktivácii sa farbí 10 minút vo vyhriatom kúpeli obvyklým farbiacim postupom, čo je dostatočný čas na difúziu farbiva k vláknu, jeho sorpciu na povrchu, difúziu do vnútra a vytvorenie chemickej väzby.

Výhody spôsobu podľa vynálezu sú v dosiahnutí vysokoaktívneho povrchu bavlny za veľmi krátky čas (doba aktivácie do 60 sekúnd), čo je v porovnaní s chemickou aktiváciou (doba aktivácie až 60 minút); významné skrátenie. To zaručuje možnosť skrátenia farbenia so zvýšenou kvalitou vyfarbenia a vysokou využiteľnosťou farbiaceho kúpeľa. Tým je možné dosiahnuť vysokú produktivitu procesu a úsporu farbiva. Dôležité je dosiahnutie menšieho znečistenia odpadových vôd a úspora tepla; spojená so skrátením vyhrievania farbiaceho kúpeľa až o 80%. Prídavok H_2O v pracovnom plyne má ten význam, že približne 60 krát zvyšuje pravdepodobnosť trojčasticového záchytu elektrónu a tvorbu záporných iónov. Súčasne zvyšuje rýchlosť tvorby zložitejších komplexov záporných iónov. Experimenty ukázali až 20 násobné skrátenie doby aktivácie bavlny pri optimálnom prídavku H_2O do pracovného plynu, v porovnaní s prípadom použitia suchého NH_3 .

Konkrétne postupy podľa vynálezu ilustrujú nasledujúce príklady.

Príklad 1

Bavlna vo forme nite alebo textílie sa umiestni do komory vysokofrekvenčného zdroja plazmy. Prietok N_2 sa nastaví na hodnotu $0,1 \text{ cm}^3/\text{s}$. Ihlovým ventilom sa nastaví prietok pracovného plynu (zmesi $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ v pomere 4:1) na hodnotu $0,6 \text{ cm}^3/\text{s}$. Celkový tlak vo vákuovej komore so vzorkou je 100 Pa. Vzorka bavlny sa exponuje 10 sekúnd plazmou vysokofrekvenčného výboja pri uvedených podmienkach, frekvencií 10 MHz a výkone 30 W. Aktivovaná vzorka sa ponorí do obvyklého farbiaceho kúpeľa a farbí sa pri teplote príslušnej druhu farbiva 10 minút. Po vyfarbení sa vzorka nechá voľne vyschnúť. Stabilita vyfarbenia sa zvýši na stupeň stálosti 5 podľa šedej stupnice, proti pôvodnému stupňu 4 u klasických chemických metód. Doba farbenia sa skráti 7násobne voči dobe klasického farbenia.

Príklad 2

Postupujeme ako v príklade 1 s tým rozdielom, že prietok zmesi $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ sa nastaví na hodnotu $1 \text{ cm}^3/\text{s}$, čomu zodpovedá celkový tlak vo vákuovej komore 600 Pa.

Príklad 3

Postupujeme ako v príklade 1 s tým rozdielom, že vzorka sa exponuje 60 sekúnd.

Príklad 4

Postupuje sa ako v príklade 2 s tým rozdielom, že vzorka sa exponuje 60 sekúnd.

Príklad 5

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že pomer $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ v zmesi je 1:1. Stupeň stálosti je 5 a využitie farbiva sa zvýši na 92 %.

Príklad 6

Postupuje sa ako v príklade 1 s tým rozdielom, že vzorku exponujeme pri výkone 500 W.

Príklad 7

Postupuje sa ako v príklade 2 s tým rozdielom, že vzorku exponujeme pri výkone 500 W. Stupeň stálosti je 5 a doba vyfarbenia sa skráti 7násobne.

Príklad 8

Postupuje sa ako v príklade 3 s tým rozdielom, že vzorka sa exponuje pri výkone 500 W.

Príklad 9

Postupuje sa ako v príklade 4 s tým rozdielom, že vzorka sa exponuje pri výkone 500 W.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Plazmochemický spôsob aktivácie bavlnených nití a textílií pre urýchlenie ich farbenia vyznačujúci sa tým, že sa povrch bavlnených nití a textílií pred farbením aktivuje nízkoteplotnou plazmou v prostredí $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ v pomere 4:1 až 1:1, výkone generátora plazmy od 30 do 500 W; prietoku zmesi $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ od 0,2 do 1,0 cm^3/s , prietoku pracovného plynu; napríklad N_2 , Ar, 0,1 cm^3/s , pri celkovom tlaku v systéme od 100 do 600 Pa, za čas pôsobenia plazmy od 10 do 60 sekúnd.