

KONINKRIJK BELGIE



MINISTERIE VAN ECONOMISCHE ZAKEN

UIT



BE 1008060A

PUBLIKATIENUMMER : 1008060A3

INDIENINGSNUMMER : 09400124

Internat. klassif. : D06M

Datum van verlening : 03 Januari 1996

De Minister van Economische Zaken,

Gelet op de wet van 28 Maart 1984 op de uitvindingsoctrooien
inzonderheid artikel 22;
Gelet op het Koninklijk Besluit van 2 December 1986, betreffende het aanvragen,
verlenen en in stand houden van uitvindingsoctrooien, inzonderheid artikel 28;
Gelet op het proces-verbaal opgesteld door de Dienst voor Industriële Eigendom op
02 Februari 1994 te 15u20

BESLUIT :

ARTIKEL 1.- Er wordt toegekend aan : N.V. DENDERLAND-MARTIN
Nijverheidslaan 2-4, B-9308 AALST-GIJZEGEM(BELGIE)

vertegenwoordigd door : OVERATH Philippe, CABINET BEDE, Almaplein, 3 - B 1200
BRUSSEL.

een uitvindingsoctrooi voor de duur van 20 jaar, onder voorbehoud van de betaling van
de jaartaksen voor : WERKWIJZE VOOR HET VERBETEREN VAN DE WEERSTAND TEGEN VLEKKEN OP
GARENS EN AFGELEIDE PRODUCTEN.

UITVINDER(S) : De Lathauwer Armand, S. Van der Guchtlaan 9, B-9300 Aalst (BE)

ARTIKEL 2.- Dit octrooi is toegekend zonder voorafgaand onderzoek van zijn
octrooieerbaarheid, zonder waarborg voor zijn waarde of van de juistheid van
de beschrijving der uitvinding en op eigen risico van de aanvrager(s).

Brussel, 03 Januari 1996
BIJ SPECIALE MACHTIGING :

WUYTS L
Directeur

BESCHRIJVING**Werkwijze voor het verbeteren van de weerstand tegen
vlekken op garens en afgeleide produkten.**

Deze uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het verbeteren van de weerstand tegen vlekken op garens, bestaande uit zijde, wol, polyamide, polyester, polyacryl, natuurlijke- en kunst cellulose vezels of alle
5 gemodificeerde synthetische vezels, die kunnen geverfd worden, waarbij de weerstand van de geverfde garens tegen vlekken, en in het bijzonder kleurvlekken, verhoogd wordt en waarbij ook andere verbeterde eigenschappen bekomen worden.

10 Met garens dient verstaan te worden al dan niet verwerkte garens in ruwe (ecru) toestand of veredeld, zowel glanzend als mat, in de vorm van garens of verwerkt garen tot weefsel, vilt, breiwerk, non-woven produkten, tapijt eventueel getuft, enz... In deze beschrijving zal
15 voor de vereenvoudiging het garen in welke vorm dan ook "substraat" genoemd worden.

Het verwijderen van vlekken uit een substraat al dan niet gekleurd is nog steeds een delikaat probleem daar vlekken ofwel sporen nalaten (verkleuring van het
20 oorspronkelijk substraat door de vlek) ofwel door het reinigen de kleurstof van het substraat aantasten. Dit is bijzonder het geval bij vlekken veroorzaakt door chloorhoudende produkten, door produkten die oxidatieve bleekmiddelen bevatten en ook door produkten die moeilijk

- 2 -

verwijderbare kleurstoffen bevatten, zoals bijvoorbeeld aanwezig in koffie, thee, wijn, fruitsappen, inkten, enz...

De uitvinding heeft tot doel een werkwijze voor te stellen waarbij de weerstand van een al dan niet gekleurd substraat tegen vlekken van iedere oorsprong gevoelig verbeterd wordt en waarbij eveneens een verbeterd antistatisch effect bekomen wordt alsmede een verhoogde weerstand tegens vervuiling, schimmels en huismijt.

10 Het is bekend [C.A. Vol 97 (1982) 7.704u] tannine te gebruiken voor het fixeren van kleurstof na het verfproces. Anderzijds is uit de industrie van badkledij eveneens bekend gekleurd nylon weefsel te behandelen met extrakten van gallotannine om de weerstand tegen
15 verbleken van de kleur door chloor te verbeteren.

Hierbij werd vooropgesteld dat door nabehandeling, van gekleurd nylon weefsel met gallotannine extrakten, de kleurstof in de vezel migreert en dat het gallotannine extrakt op de kleur gefixeerd werd. Hierdoor wordt een
20 zekere weerstand bekomen tegen het verbleken van de kleur van het substraat door chloormiddelen, maar deze behandeling heeft weinig effect wat betreft kleurvlekken en is helemaal niet doelmatig voor wat betreft vlekken veroorzaakt door andere oxidatieve bleekmiddelen.

25 Het is anderzijds uit het US octrooi nr 4.501.591 bekend, polyamide vezels, na het opbrengen van kleurstof, te behandelen met condensatieprodukten van gesulfoneerde phenol- of naphthol-formaldehyden in aanwezigheid van een alkalimetaal silicaat. Het is gebleken dat voor polyamide
30 vezels deze behandeling een weerstand geeft tegen kleurvlekken, die vooral effectief is voor anionische kleurstoffen. Deze behandeling heeft helemaal geen effect op chloorvlekken en op vlekken van andere oxidatieve bleekmiddelen.

35 In de cosmetica wordt echter meer en meer beroep gedaan op sterke oxidatieve bleekmiddelen zoals bijvoorbeeld benzoylperoxyde en weerstand tegens vlekken

- 3 -

veroorzaakt door deze produkten is tot op heden in de textielindustrie nog onbekend.

Tijdens doorgedreven onderzoek op dit gebied is nu verrassender wijze gebleken dat de weerstand van een al
5 dan niet gekleurd substraat tegen vlekken veroorzaakt door oxidatieve bleekmiddelen wezenlijk verbeterd wordt wanneer het substraat behandeld wordt met een oplossing welke zowel looizuur als een condensatieprodukt van gesulfoneerde phenol- of naphthol-formaldehyden bevat.
10 Tevens werd gevonden dat deze behandeling eveneens zeer doelmatig is tegen vlekken veroorzaakt door andere bleekmiddelen als chloor en door kleurstoffen van natuurlijke of synthetische oorsprong (met zowel anionisch, kationisch, metaalcomplex als dispers
15 karakter).

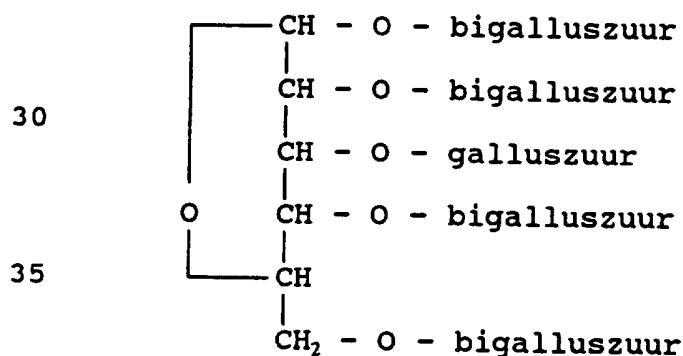
Dat het looizuur het verbleken door chloor zou verbeteren kon door de vakman worden verwacht, maar dat de bovengenoemde oplossing effectiever zou zijn dan een gewone looizuurbehandeling was niet te voorzien. Zo ook
20 wordt de weerstand tegen kleurvlekken bekomen door een behandeling met condensatieprodukten van gesulfoneerde phenol- of naphthol-formaldehyden niet alleen geevenaard door behandeling met de oplossing volgens de uitvinding, maar wordt sterk verbeterd.

25 De werking van de oplossing die een mengsel van beide componenten (looizuur en condensatieprodukt) bevat, is niet alleen beter dan deze van de aparte componenten maar geeft ook nog bescherming tegen kleurvlekken waarvoor de afzonderlijke componenten niet effectief
30 waren. De samenwerking van deze twee componenten verhoogt de doelmatigheid van elk der afzonderlijke componenten en geeft onverwachte bijkomende eigenschappen. Zo bekomt men ook een bescherming tegen kleurvlekken van kationische, metaalcomplexen en niet disperse oorsprong en vooral tegen
35 vlekken van oxidatieve bleekmiddelen.

Volgens de uitvinding wordt het substraat, in zuur midden, behandeld met een oplossing die zowat 1 tot 6%

- 4 -

- (gewichts %) actief bestanddeel bevat, waarbij het actief bestanddeel bestaat uit een mengsel van 10 tot 90 % , bij voorkeur 40 tot 80% , looizuur (looizuur-komponent) en 10 tot 90 % , bij voorkeur 20 tot 60% , condensatieprodukt
- 5 van gesulfoneerde phenol- of naphthol-formaldehyden (sulfon-komponent). Deze concentraties en verhoudingen zijn niet kritisch maar wel werd opgemerkt dat hogere concentraties het resultaat nauwelijks beïnvloeden en vergeling van het substraat kunnen meebrengen.
- 10 Volgens een voorkeuruitleiding van de uitvinding wordt het substraat tijdens het verf proces behandeld, waarbij de behandeling zowel in een continu verfproces als in een discontinu verfproces kan ingelast worden. Wanneer men de
- 15 behandeling doorvoert tijdens een continu verfproces kan deze zowel voor als tijdens als na de verfstap plaatsgrijpen. Bij een discontinu verfproces zal de behandeling bij voorkeur na het verven plaats grijpen.
- De looizuur-komponent bestaat uit looizuur, wat in
- 20 feite een mengsel is van verbindingen bestaande uit een glucoseketen welke 5 tot 10 maal gesubstitueerd is met galluszuur of trihydroxy 3,4,5-benzeen-carbonzuur-1.
- Zo bevat looizuur bij voorbeeld nonagalloylglucose, een glucoseketen 5 maal gesubstitueerd met galluszuur
- 25 waarbij het 4 maal om bigalluszuur gaat en waarvan de formule is :



- Volgens de uitvinding kan elk looizuur, commercieel
- 40 verkrijgbaar, gebruikt worden, wel is het voordelig een

looizuur met een relatief hoog moleculair gewicht te kiezen. Bij voorkeur zal het moleculair gewicht van het looizuur liggen tussen zowat 900 en 2000, alhoewel deze grenzen helemaal niet kritisch zijn. Verrassenderwijze is echter ook gevonden dat optimale resultaten bekomen worden wanneer de looizuur-komponent bestaat uit een mengsel van een looizuur met relatief laag gewicht en van een looizuur met relatief hoog gewicht. Zo werd vastgesteld dat een mengsel, bestaande uit looizuur met een MG lager dan 1000 en looizuur met een MG van hoger dan 1500 beter resultaten gaf, dan uitsluitend looizuur met MG van 1500.

De looizuur-komponent wordt gebruikt in waterige oplossing, waarbij het voor de verfvakman duidelijk is dat het water ontijzerd en onthard moet zijn.

De te gebruiken oplossing zal zowat 10 tot 60 g looizuur per liter water bevatten, en bij voorkeur 15 tot 25 g/l. Teneinde oxidatie van het vlot te vermijden kan er een kleine hoeveelheid van een alifatisch monocarbonzuur met een kookpunt lager dan 100°C, bvb. azijnzuur toegevoegd. Het is tevens aan te raden teneinde oxidatie van het substraat te vermijden ook een niet vluchtig, niet hygroscopisch en bij voorkeur niet corroderend zuur toe te voegen, hiertoe komt een alifatisch carbonzuur zoals bijvoorbeeld citroenzuur of polyacrylzuren in aanmerking. Het kan ook voordelig zijn een bevochtiger, zoals bijvoorbeeld isopropanol, aan het vlot toe te voegen.

De sulfon-komponent van het mengsel is een condensatieprodukt van gesulfoneerde phenol- of naphthol-formaldehyden. Het zijn verbindingen die een sulfonzuurgroep (of een zout ervan) bevatten welke gebonden is aan koolstofatomen van een phenol of naphthol groep. Het produkt kan worden bekomen door bijvoorbeeld reactie van een dezer verbindingen met formaldehyde. Deze produkten en hun bereiding zijn beschreven in het hogervermeld US octrooi 4.501.591.

- 6 -

De sulfon-komponent wordt aan de oplossing die de looizuur-komponent bevat toegevoegd in een concentratie van zowat 5 tot 50 g/l. Tevens is het voordelig om de moleculaire keten van de sulfon-komponent te vergroten, 5 magnesiumpulfaat aan de oplossing of aan het spoelwater na het verven toe te voegen.

De te gebruiken oplossing (mengsel van beide componenten) zal door haar samenstelling een zure pH hebben, die zonodig verder zal aangezuurd worden tot een 10 pH die bij voorkeur tussen 2 en 4 ligt. In geval de zuurgraad een waarde hoger dan 4 bereikt, zal de zuur concentratie bij voorkeur worden verhoogd met een sulfamidezuur of azijnzuur; sterke minerale zuren zijn hierbij te vermijden.

15 Volgens een uitvoeringsvorm van de uitvinding wordt het te kleuren substraat met een mengsel van de looizuur-komponent en sulfon-komponent doordrenkt en vervolgens koud geverfd. De term verven wordt in deze beschrijving gebruikt voor elke werkwijze waarmede kleurstof op een 20 substraat wordt aangebracht, zoals verven, bedrukken, spacen, besproeien, enz...

De te gebruiken kleurstof wordt in water opgelost, eventueel door verwarmen, en vervolgens met koud water op het gewenste volume gebracht. Men zal bij voorkeur in 25 zuur midden werken.

Wanneer in een continu proces de kleurstof opgedrukt wordt zal een zuurbestendig verdikkingsmiddel zoals een hydrocolloide bvb Xanthaangum toegevoegd worden.

Voor de kleurstoffen, die men kan gebruiken bij 30 toepassing van de uitvinding komen in't algemeen zowel zure, metaalcomplexen als disperse kleurstoffen in aanmerking. Basische kleurstoffen zijn minder geschikt, daar de zure pH de kleurstof uit het verfbad wegdrukt. Indien met basische kleurstoffen gewerkt wordt, wordt 35 aangeraden de behandeling volgens de uitvinding als nabehandeling toe te passen. Ook wanneer een differential dyeing of cross dyeing proces gebruikt

wordt, waarbij zure en basische kleurstoffen aangewend worden zal het aan te raden zijn de behandeling met looizuur- en sulfon-component als nabehandeling toe te passen.

- 5 Het is voor de vakman duidelijk kleurstoffen te kiezen die in het kader van de te volgen werkwijze passen en geen nevenreacties veroorzaken met de gebruikte reagentia en produkten.

Een goede voorselectie van kleurstoffen zal gemaakt
10 worden op basis van voor de handliggende criteria. Zo kan het nuttig zijn voor de te volgen werkwijze kleurstoffen te gebruiken die snel fixeren.

Bij wijze van geenszins beperkende voorbeelden, worden hierna enkele kleurstoffen vermeld die goed in het
15 kader van de uitvinding passen. De weergegeven lijst vermeldt het kleurindexnummer (in het engels) zoals gebruikelijk in de praktijk:

- Acid Yellow 121, 219 en 230
Acid Orange 116 en 156
20 Acid Red 42, 243, 299 en 395
Acid Blue 40, 113, 129 en 344
Acid Black 172
Mordant Orange 6
Disperse Yellow 2
25 Disperse Red 55.1 en 340
Disperse Blue 7

Verschillende andere kleurstoffen werden getest en gaven eveneens voldoening.

Nadat het substraat geverfd is, wordt het in geval
30 van een continu proces door een stoomkast geleid, waar het met lucht vrij verzadigde stoom gedurende een halve tot enkele minuten gestoomd wordt. Na het stomen wordt het gekleurde substraat gespoeld. Het spoelen zal bij voorkeur met koud water geschieden. Aan het spoelwater
35 kan een antioxidant toegevoegd worden, bij voorkeur een niet vluchtig, niet hygroscopisch en niet corroderend zuur, bvb. een alifatisch carbonzuur, in een concentratie

die kan variëren van 0,5 tot 5 g/l.

Volgens een andere uitvoeringsvorm van de uitvinding kan de oplossing van het mengsel looizuur-komponent en sulfon-komponent ook rechtstreeks aan het verfbad
5 toegevoegd worden, zodat het droog substraat in een enkele bewerking bewerking geleverd en met de oplossing volgens de uitvinding behandeld wordt.

Volgens een verdere uitvoeringsvorm van de uitvinding kan het substraat geleverd worden volgens de
10 standaard werkwijzen en vervolgens nabehandeld worden. Het geleverde substraat wordt dan met de oplossing volgens de uitvinding behandeld gedurende enkele minuten, waarbij bij voorkeur de temperatuur van de oplossing opgewarmd is tot een temperatuur van zowat 80°C. Het behandelde
15 substraat wordt dan gespoeld, gestoomd en gedroogd volgens de normale werkwijzen.

De hierboven beschreven uitvoeringsvormen waren vooral gericht op een continu proces, maar volgens een verdere uitvoeringsvorm kan een substraat eveneens
20 behandeld worden met een oplossing volgens de uitvinding in een discontinu proces. In dit geval wordt het substraat geleverd volgens de normale verfcyclus en vervolgens nabehandeld in een bad met de oplossing van looizuur en sulfon componenten, het bad met substraat
25 wordt dan bij voorkeur geleidelijk opgewarmd tot zowat 80°C, vervolgens wordt het substraat gekoeld, gespoeld en gedroogd.

Wanneer een substraat volgens een van deze uitvoeringsvormen behandeld wordt, wordt een ongekeerde
30 weerstand tegen oxidatieve bleekmiddelen en chloor vastgesteld. Ook een ongekeerde weerstand tegen kleurvlekken van natuurlijke of synthetische oorsprong met zowel een anionisch, kationisch, metaalcomplex als dispers karakter wordt bekomen.

35 Vlekken van koffie op 70°C, Cool-aid (sterk gekleurde frisdrank), wijnvlekken, inkt, enz... kunnen eenvoudig verwijderd worden door bevochtigen met koud of

lauw water en droog deppen.

Bijkomend voordeel van de werkwijze volgens de uitvinding is dat een gekleurd substraat een betere weerstand heeft tegen produkten zoals terpentijn en white
5 spirit en een verbeterd anti-statisch profiel. Verder werd tevens een verbeterde weerstand tegen huismijt en schimmels genoteerd.

Verdere proeven werden uitgevoerd in verband met lichtechtheid, wasechtheid, weerstand aan bleekmiddelen,
10 enz... Hieruit bleek dat de werkwijze geen negatieve invloed heeft op bovenstaande echtheidseigenschappen.

De werkwijze wordt hierna meer in detail beschreven aan de hand van volgende niet beperkende voorbeelden:

15 Voorbeeld 1

Men bereidt een oplossing door 10 g looizuur met een MG van 900 (Mijimoto commercieel produkt) en 10 g looizuur met een MG van 1500 (Mijimoto commercieel
20 produkt) koud in 1 liter zacht water op te lossen. Hieraan wordt 25 ml van een 40% waterige oplossing van Intratex N (Crompton & Knowles) toegevoegd. Vervolgens voegt men nog 2 g van een mengsel van polyacrylzuren (Eulysine S BASF) en 5 ml azijnzuur 80% als antioxidans
25 en 5 ml isopropanol als bevochtiger toe. De pH van de oplossing bedraagt 2.5 .

Een stuk substraat (A) uit polyamide 66 wordt bij kamertemperatuur in deze oplossing gedrenkt en vervolgens uitgeperst tot een opname gelijk aan 100% substraat.

30 Het nog natte substraat wordt bedrukt met Acid Yellow 219. Hiertoe wordt 1 g kleurstof in 0.1 liter warm water opgelost en met koud water aangelengd tot 1 liter. Aan deze oplossing wordt 5 ml azijnzuur 80% toegevoegd, zodat een pH van 3.5 bekomen wordt, vervolgens wordt
35 Xanthaangum van het type Kelzan toegevoegd tot de gewenste viscositeit bekomen wordt.

Nadat het substraat bedrukt is, wordt het gestoomd

- 10 -

met lucht vrij verzadigde stoom bij 98°C gedurende 2 minuten en vervolgens gespoeld met koud water. Aan het spoelwater en/of in het laatste spoelbad wordt 2 g van een mengsel polyacrylzuren (Eulysine S) per liter water, alsmede 10 g/l MgSO₄ toegevoegd. Het substraat wordt dan gedroogd bij 100°C.

Vergelijkingsproef 1 a

10 Een stuk substraat (B) uit hetzelfde materiaal als substraat (A) wordt geverfd met eenzelfde kleurstof oplossing nadat het bevochtigd was met een waterige oplossing van azijnzuur waaraan isopropanol was toegevoegd, maar zonder dat er looizuur of een
15 gesulfoneerd phenol- of naphthol-formaldehyde condensatie produkt werd toegevoegd. Het gekleurde substraat werd op dezelfde wijze als in voorbeeld 1 gestoomd en gespoeld.

Vergelijkingsproef 1 b

20 Een stuk substraat (C) uit hetzelfde materiaal als substraat (A) wordt geverfd met eenzelfde kleurstof oplossing nadat het bevochtigd was met een waterige oplossing waaraan 20 g/l looizuur, alsmede azijnzuur en
25 isopropanol was toegevoegd, maar zonder dat er een gesulfoneerd phenol- of naphthol-formaldehyde condensatie produkt werd toegevoegd. Het gekleurde substraat werd op dezelfde wijze als in voorbeeld 1 gestoomd en gespoeld.

30 Vergelijkingsproef 1 c

Een stuk substraat (D) uit hetzelfde materiaal als substraat (A) wordt geverfd met eenzelfde kleurstof oplossing nadat het bevochtigd was met een waterige
35 oplossing die Intratex N en toevoegsels in dezelfde concentratie als in voorbeeld 1 bevat, maar zonder dat er looizuur werd toegevoegd. Het gekleurde substraat werd op

- 11 -

dezelfde wijze als in voorbeeld 1 gestoomd en gespoeld.

De vier substraten werden aan volgende proeven onderworpen:

5 Proef 1 : Benzoylperoxydeproef

Van een huidverzorgingsmiddel Mytolac (Richardson-Vicks), een commercieel produkt dat 5% benzoylperoxide bevat, brengt men 1 cc aan op substraten A, B, C en D.

10 Men laat de vlek drogen gedurende 24 uren en behandelt de vlek vervolgens met koud water en dept droog.

Van substraat A was de vlek volledig verdwenen en er bleven geen sporen van verkleuring achter. Substraten B en D waren volledig ontkleurd en lieten een oranje
15 gekleurde vlek na.

Bij substraat C was de vlek voor zowat 70% verdwenen maar er bleef een duidelijke verkleuring achter.

Proef 2 : Koffieproef:

20

Een cylinder met 4 cm doormeter met een hoogte van 40 cm werd op het substraat geplaatst, vanonder in de cylinder werd 10 ml hete koffie op 70°C ingespoten, terwijl men vanboven in de cylinder een gewicht van 300 g
25 liet vallen, de ingeperste koffie liet men gedurende 24 u inwerken in het substraat.

Na 24 u werd de koffievlek met heet (60°C) water gedept en met vochtabsorberend materiaal opgedroogd.

Bij substraat A was de vlek volledig verdwenen.

30 Bij substraat B was de vlek door de behandeling bijna niet gewijzigd, zowat 80% van de vlek bleef zichtbaar.

Bij substraat C was de vlek opgetrokken maar nog zichtbaar (zowat 80% was verwijderd), een verdere behandeling met huishoudbleekwater, dat 1 g/l actieve

35 chloor bevatte, was nodig om de vlek te verwijderen. Het chloorwater liet een licht zichtbare bleke vlek achter.

Bij substraat D was de vlek gedeeltelijk opgetrokken

- 12 -

(zowat 60% was verwijderd) maar nog goed zichtbaar. Een verdere behandeling met huishoudbleekwater, dat 1 g/l actieve chloor bevatte, was nodig om de vlek te verwijderen. Het chloorwater liet een duidelijk zichtbare
5 bleke plek achter.

Proef 3 : Rode wijn proef:

Met hetzelfde proefmateriaal, als in vorige proef,
10 werd een vlek rode wijn van 10 ml op het substraat
aangebracht en liet men gedurende 24 u inwerken.
Vervolgens werd de vlek met lauw water behandeld en droog
gedepte.

De resultaten waren vergelijkbaar met deze van de
15 koffieproef.

Bij substraat A was de vlek volledig verwijderd.
Bij substraat B was de vlek zeer weinig opgetrokken.
Bij substraat C en substraat D was de vlek voor zowat 60
to 80% verwijderd, maar was een verdere behandeling met
20 bleekwater nodig, welke een verbleekte vlek naliet.

Proef 4 : Cool-aid proef:

Met hetzelfde proefmateriaal als in proef 2 werd een
25 vlek met Cool-aid op het substraat aangebracht. De vlek
werd veroorzaakt door een oplossing van 95 g/l Cool-aid
in stadswater. Na 24 uur inwerken werd de vlek behandeld
met koud water en vervolgens droog gedepte.

Bij substraat A was de vlek volledig verdwenen.

30 Bij substraat B was de vlek nog volledig aanwezig.

Bij substraat C was de vlek nog voor ongeveer 80%
aanwezig.

Bij substraat D was de vlek zo goed als verdwenen.

Proef 5 : Chloorproef:

Op het substraat wordt, met een pipet, 2 ml van oplossing van respectievelijk 1 g/l, 3 g/l en 10 g/l
5 actieve chloor aangebracht, de vlekken werden na 24 u visueel beoordeeld.

Op substraat A werd geen verkleuring vastgesteld bij 1 g/l en 3 g/l. Bij 10 g/l trad een lichte verkleuring op.
Op substraat B trad volledige verkleuring op vanaf 1 g/l.
10 Op substraat C werd geen verkleuring vastgesteld bij 1 g/l en 3 g/l. Bij 10 g/l trad een zeer duidelijke verkleuring op.

Op substraat D trad volledige verkleuring op vanaf 1 g/l.
Er dient hier te worden opgemerkt dat er een duidelijk
15 verschil van verkleuring vastgesteld werd tussen substraat A en substraat C vanaf 7 g/l actieve chloor.

Proef 6 : Herhaalde vlekken:

20 De koffieproef (proef 2) werd verschillende malen op dezelfde plaats van het substraat herhaald en telkens afgewassen met lauw water. Op het substraat A verdween de koffievlek na 5 beurten (herhaalde vlekken) zonder sporen na te laten. Wanneer een zesde maal een vlek aangebracht
25 werd (op dezelfde plaats) bleef na afwassen met lauw water een lichte verkleuring achter.

Proef 7 : Lichtechtheid

30 Een deel van substraat A werd belicht volgens DIN-norm 54004 wat overeenkomt met ISO norm 105/B02 (Xenontest).

De vlekbestendigheidspreef (proef 2) zoals hierboven beschreven werd uitgevoerd op het belichte deel na 24 uur
35 belichting, na 48 uur belichting, na 72 uur belichting... tot na 240 uur belichting. De effectiviteit van de vlekverwijderingsbehandeling werd vergeleken met een niet

- 14 -

belicht deel van substraat A.

Er werd geen verschil genoteerd tussen het belichte deel en het niet belichte deel, zelfs niet na 240 uur belichting.

- 5 Dezelfde belichtingstest werd herhaald met substraten A en B en de kleurechtheid van beide substraten werd vergeleken na 240 uur belichting. Er werd geen kleurverschil vastgesteld, zodat mag vermeld worden dat de behandeling volgens de uitvinding de kleurechtheid
10 niet negatief beïnvloed.

Proef 8 : Shampoo test

- 15 Een deel van substraat A werd behandeld met een neutrale tapijtshampoo (handelsmerk Marc), waarbij shampoo gemengd wordt met water, de gevormde schuim wordt met een borstel op het substraat aangebracht, men laat vervolgens de shampoo op het substraat drogen en verwijdt de shampoo met een stofzuiger.

- 20 Na deze behandeling werd proef 2 hierboven beschreven uitgevoerd op het met shampoo behandelde deel en vergeleken met een deel van substraat A dat geen shampoo behandeling had ondergaan. Er werd geen wezenlijk verschil vastgesteld. De shampoo behandeling beïnvloedt
25 de efficiëntie van de vlekverwijdering niet.

Deze proef werd 5 maal herhaald en ook na 5 shampoo behandelingen was een vlek veroorzaakt door hete koffie nog steeds volledig verwijderbaar zonder sporen na te laten.

30

Voorbeeld 2

- 35 In dit voorbeeld wordt de behandeling volgens de uitvinding toegepast in een continu proces nadat het substraat geverfd is.

Men bereidt een oplossing van looizuur, Intratex N, MgSO₄, polyacrylzuur en azijnzuur in concentraties en met

- 15 -

samenstelling als in voorbeeld 1. De pH van de oplossing bedraagt 3.5 .

Een stuk geverfd substraat E uit polyamide 6 wordt met dit mengsel overgoten en vervolgens gestoomd,
5 gespoeld en gedroogd.

Vergelijkingsproeven 2 a, 2 b, 2c.

Stukken substraat F, G, H uit hetzelfde materiaal
10 als en geverfd als substraat E, werden met dezelfde oplossing nabehandeld, maar respectievelijk:

(F) zonder looizuur en Intratex N.

(G) zonder Intratex N met looizuur.

(H) zonder looizuur met Intratex N

15

Proeven

De hogervermelde proeven werden herhaald en gaven nagenoeg identieke resultaten

20

Voorbeeld 3

In dit voorbeeld wordt het substraat geverfd in een discontinu proces en vervolgens behandeld met de
25 oplossing volgens de uitvinding.

Een stuk substraat (P) uit polyamide 66 wordt op de klassieke wijze met een zure kleurstof geverfd en gespoeld en vervolgens in een bad gedompeld met een oplossing van looizuur, Intratex N, MgSO₄ en
30 polyacrylzuur in concentraties en met samenstelling volgens voorbeeld 1. Het bad wordt geleidelijk verwarmd tot 80°C en een 20 tal minuten op deze temperatuur gehouden vervolgens wordt gekoeld, gespoeld en gedroogd.

35 **Vergelijkingsproeven 3 a, 3 b, 3 c.**

Stukken substraat (R), (S), (T) uit hetzelfde materiaal

- 16 -

als substraat (P) werden op dezelfde wijze geverfd en nabehandeld maar respektievelijk:

(R) zonder looizuur en Intratex N.

(S) zonder Intratex N maar met looizuur

5 (T) zonder looizuur maar met Intratex N.

Proeven

De proeven vermeld onder voorbeeld 1 werden herhaald
10 en gaven nagenoeg identieke resultaten.

Het is duidelijk dat de uitvinding niet beperkt is tot de beschreven voorbeelden, maar elke werkwijze omvat waarbij een substraat behandeld wordt met looizuur en een
15 condensatieprodukt van gesulfoneerde phenol- of naphthol-formaldehyden, waarbij deze behandeling kan plaats grijpen voor, tijdens of na het verven.

De voorbeelden werden opzettelijk weergegeven met eenzelfde mengsel van looizuur en Intratex N teneinde de
20 resultaten beter te kunnen vergelijken. Met verschillende andere condensatieprodukten van gesulfoneerde phenol- of naphthol-formaldehyden werden eveneens proeven uitgevoerd, en de bekomen resultaten kunnen evenwaardig genoemd worden. Zo kunnen eveneens in plaats van Intratex
25 N, verschillende Mesitol (Bayer) produkten, verschillende Stainmaster (Du Pont de Nemours) produkten, Erional RF (Ciba), Alguard NS (Allied Colloids), Matexil FA-SNX (Zeneca), Resist 80-20 (Sandoz), enz... gebruikt worden.

Voor looizuur zijn de verschillen nog geringer en
30 kan dus elk commercieel verkrijgbaar produkt gebruikt worden. Wel speelt het moleculair gewicht een rol en is het voordelig een mengsel van looizuur met enerzijds een laag MG en anderzijds een hoog MG te gebruiken. De verhouding tussen beide looizuren is helemaal niet
35 kritisch, daar ook aanvaardbare resultaten bekomen worden met één soort looizuur.

Wat het substraat betreft werden de voorbeelden

- 17 -

uitgevoerd met polyamide, proeven werden eveneens uitgevoerd met wol, katoen, cellulose-kunstvezels en verschillende andere soorten vezels en het is gebleken dat de behandeling toepasbaar is op alle soorten vezels.

- 5 De concentraties, temperaturen en reaktietijden worden door de vakman ingesteld in functie van de gebruikte reagentia, produkten, kleurstoffen, verfproces, type substraat, enz...

- 10 In de voorbeelden werd eenvoudigheidshalve en om de vergelijking tussen de verschillende voorbeelden niet te beïnvloeden, als niet vluchtig zuur een mengsel van polyacrylzuren gebruikt, het is evident dat eveneens andere niet vluchtige alifatische zuren kunnen gebruikt worden. Dezelfde opmerking geldt voor wat betreft het
- 15 gebruik van azijnzuur dat kan vervangen worden door een ander alifatisch zuur met kookpunt beneden de 100°C, en voor het gebruik van de bevochtiger, behoudens isopropanol kan elke bevochtiger gebruikt worden die geen ongewenste reactie veroorzaakt met looizuur en/of de
- 20 andere gebruikte produkten.

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het behandelen van substraat, gevormd door vezels, al dan niet verwerkt, in ecru
5 toestand of veredeld, bestaande uit zijde, wol, polyamide, polyester, polyacryl, natuurlijke- of kunstcellulose vezels of alle andere gemodificeerde synthetische vezels die kunnen geverfd worden, waarbij de weerstand tegen vlekken verhoogd wordt en andere
10 verbeterde eigenschappen bekomen worden, met het kenmerk dat men het substraat in zuur midden behandelt met een waterige oplossing van een mengsel van looizuur en een gesulfoneerd phenol- of naphthol-formaldehyde condensatie produkt.

15

2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk dat het mengsel 1 to 6% actief bestanddeel bevat, waarbij het actief bestanddeel bij voorkeur bestaat uit 40 tot 80 % looizuur en 20 tot 60 % van een condensatie
20 produkt van gesulfoneerd phenol- of naphthol-formaldehyde.

3. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk dat het looizuur een mengsel is van looizuur met relatief
25 laag (≤ 1000) moleculair gewicht en looizuur met een relatief hoog (≥ 1500) moleculair gewicht.

4. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk dat de oplossing van het mengsel een pH heeft tussen 2 en
30 4.

5. Werkwijze volgens conclusies 1, met het kenmerk dat de behandeling van het substraat plaatsgrijpt voordat het substraat geverfd wordt.

35

6. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk dat de behandeling van het substraat plaatsgrijpt tijdens

- 19 -

het verven van het substraat.

7. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk
dat de behandeling van het substraat plaatsgrijpt als
5 nabehandeling na het verven van het substraat.

8. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk
dat men aan de waterige oplossing van het mengsel een
antioxidant toevoegt wordt om oxidatie van het substraat
10 en van het bad te vermijden.

9. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk
dat men aan de waterige oplossing van het mengsel
magnesiumsulfaat toevoegt.
15

10. Substraat met het kenmerk dat het behandeld is
met een waterige oplossing van een mengsel van looizuur
en een gesulfoneerd phenol- of naphthol-formaldehyde
condensatie produkt.
20



Europees
Octrooibureau

VERSLAG BETREFFENDE HET ONDERZOEK

opgesteld krachtens artikel 21 § 1 en 2
van de Belgische wet op de uitvindingsoctrooien
van 28 maart 1984

Nummer van de
nationale aanvraag:

BO 5001
BE 9400124

VAN BELANG ZIJNDE LITERATUUR			
Categorie	Vermelding van literatuur met aanduiding voor zover nodig, van speciaal van belang zijnde tekstgedeelten of tekeningen	Van belang voor conclusie(s) Nr.:	CLASSIFICATIE VAN DE AANVRAAG (Int.Cl.5)
A	US-A-2 342 823 (PAUL SCHLACK) * het gehele document * ---	1	D06M15/41 D06M13/238
A	FR-A-864 576 (GIORGIO CHIERA DI VASCO) * bladzijde 1, rechter kolom, regel 39 - regel 49 * ---	1	
D,A	US-A-4 501 591 (UCCI ET AL.) * het gehele document * ---	1	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 90, no. 4, 22 Januari 1979, Columbus, Ohio, US; abstract no. 24736d, WADA, HIDEKI 'Prevention of staining of dyed silk yarns' bladzijde 71 ; kolom 2 ; * samenvatting * & JP-A-53 081 788 (KONISHI MEGUMI SHOTEN KK) -----	1	
			ONDERZOCHETE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK (Int.Cl.5)
			D06M D06P
Datum waarop het onderzoek werd voltooid		Vooronderzoeker	
24 Oktober 1994		Blas, V	
CATEGORIE VAN DE VERMELENDE LITERATUUR			
X : op zichzelf van bijzonder belang Y : van bijzonder belang in samenhang met andere documenten van dezelfde categorie A : achtergrond van de stand van de techniek O : verwijzend naar niet op schrift gestelde stand van de techniek P : literatuur gepubliceerd tussen voorrang- en indieningsdatum			
T : niet tijdig gepubliceerde literatuur over theorie of principe ten grondslag liggend aan de uitvinding E : eerdere octrooipublicatie maar gepubliceerd op of na indieningsdatum D : in de aanvraag genoemd L : om andere redenen vermelde literatuur & : lid van dezelfde octrooifamilie, corresponderende literatuur			

**AANHANGSEL BEHORENDE BIJ HET RAPPORT BETREFFENDE
HET ONDERZOEK NAAR DE STAND VAN DE TECHNIEK,
UITGEVOERD IN DE BELGISCHE OCTROOIAANVRAGE NR. BO 5001
BE 9400124**

Het aanhangsel bevat een opgave van elders gepubliceerde octrooiaanvragen of octrooien (zogenaamde leden van dezelfde octrooifamilie), die overeenkomen met octrooischriften genoemd in het rapport.
De opgave is samengesteld aan de hand van gegevens uit het computerbestand van het Europees Octrooibureau per
De juistheid en volledigheid van deze opgave wordt noch door het Europees Octrooibureau, noch door de Octrooiraad gegarandeerd ;
de gegevens worden verstrekt voor informatiedoeleinden.

24-10-1994

In het rapport genoemd octrooigeschrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
US-A-2342823		BE-A- 456355 FR-A- 951505	
FR-A-864576		GEEN	
US-A-4501591	26-02-85	GEEN	