

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 956184 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentsökan - Patent application **956184**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification

D06M 15/423

D06M 13/432

D06M 13/425

D06M 13/192

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **21.06.1994**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **21.12.1995**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **21.12.1995**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(86) Kansainvälinen hakemus - **21.06.1994 PCT/GB1994/001342**
Internationell ansökan - International
application

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

24.06.1993 GB 9313128

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Courtaulds Fibres (Holdings) Limited, 50 George Street London W1A 2BB, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Pearson, Leslie, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

2 •Taylor, James Martin, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Papula Oy, Mechelininkatu 1 a, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Kankaan käsittely

Behandling av tyg

KANKAAN KÄSITTELY

Keksintö koskee menetelmiä liuoskehrätystä selluloosakuidusta, myös lyocell-kuituna tunnetusta, valmistetun kankaan fibrilloitumisasteen ja pyrkimyk-
 5 sen fibrilloitua vähentämiseksi.

On tunnettua, että selluloosakuitua voidaan valmistaa suulakepuristamalla selluloosan liuosta sopivassa liuottimessa saostuskylpyyn. Tähän suulakepuristus- ja saostusprosessiin viitataan liuoskehräyksenä ja siten tuotettuun selluloosakuituun viitataan liuoskehrättynä selluloosakuituna. Yhtä esimerkkiä tällaisesta menetelmästä kuvataan patenttihakemuksessa US-A-4,246,211, jonka sisältö sisällytetään tähän ha-
 10 kemukseen tällä viittauksella. Selluloosa liuotetaan liuottimeen, kuten tertiäärinen amiini(N-)oksidi, esim. N-metyylimorfoliini(N-)oksidi. Saatu liuos suulakepuristetaan sopivan suulakkeen läpi säikeiden valmistamiseksi, jotka saostetaan, pestään vedessä liuot-
 15 timen poistamiseksi ja kuivataan. Säikeet katkaistaan yleensä lyhyiksi osiksi jossain vaiheessa saostamisen jälkeen tapulikuidun muodostamiseksi. On myös tunnet-
 20 tua, että selluloosakuitua voidaan valmistaa suulakepuristamalla selluloosajohdannaisen liuosta uudelleenmuodostus- ja saostuskylpyyn. Yksi esimerkki tällai-
 25 sesta menetelmästä on viskoosimenetelmä, jossa selluloosajohdannainen on selluloosaksantaatti. Molemmat tämäntyyppiset prosessit ovat esimerkkejä märkäkehru-
 menetelmistä. Liuoskehruulla on useita etuja muihin tunnettuihin selluloosakuidun valmistusmenetelmiin,
 30 kuten viskoosimenetelmään nähden, esim. vähentyneet ympäristöpäästöt.

Tässä hakemuksessa käytettynä termi lyocell-kuitu tarkoittaa orgaanisella liuoskehräyksellä aikaansaatua selluloosakuitua, jossa orgaaninen liuotin
 35 koostuu pääasiassa orgaanisten kemikaalien ja veden seoksesta ja jossa liuoskehräys käsittää selluloosan

liuottamisen ja kehräämisen ilman selluloosan johdannaisen muodostamista. Tässä hakemuksessa käytettynä termi liuoskehrätty selluloosakuitu ja lyocell-kuitu ovat synonyymejä. Tässä hakemuksessa käytettynä termi
 5 lyocell-kangas tarkoittaa useista langoista, joista ainakin jotkut sisältävät lyocell-kuitua yksinomaan tai seoksena muiden kuitutyyppien kanssa, kudottua tai neulottua kangasta.

Kuitu voi osoittaa pyrkimyksen fibrilloitua,
 10 erityisesti altistettaessa mekaaniseen rasitukseen määrässä olotilassa. Fibrilloituminen tapahtuu kuiturakenteen murtuessa pituussuunnassa siten, että hienoja fibrillejä osittain irtoaa kuidusta antaen kuidulle ja sitä sisältävälle kankaalle, esim. kudotulle tai neulotulle kankaalle, karvaisen ulkonäön. Fibrilloitunutta kuitua sisältävällä värjätyllä kankaalla pyrkii
 15 olemaan utuinen ulkonäkö, joka voi olla esteettisesti epäsuotavaa. Tällaisen fibrilloitumisen uskotaan aiheutuvan kuitujen mekaanisesta hankauksesta käsittelyn aikana määrässä ja turvonneessa tilassa. Märkäkäsittelymenetelmät, kuten viimeistelypesu, valkaisu, värjäys ja huuhtominen väistämättä altistavat kuidut mekaaniselle kulutukselle. Käsittelyn korkeammat lämpötilat ja pidemmät ajat pyrkivät yleensä tuottamaan korkeampia fibrilloitumisasteita. Lyocell-kangas näyttää olevan erityisen herkkä tällaiselle hankaukselle ja sen on siksi usein havaittu olevan alttiimpi fibrilloitumiselle kuin muuntyyppisestä selluloosakuidusta valmistettu kangas. Erityisesti puuvillakankailla on
 25 luonnostaan hyvin alhainen fibrilloitumispyrkimys.

Patenttihakemus EP-A-538,977 julkistaa, että fibrillit voidaan poistaa fibrilloituneesta kudotusta lyocell-kankaasta käsittelemällä selluloosan liuottimella. Sellulaasit ovat entsyymejä, jotka katalysoivat
 35 selluloosan hydrolyysia. Tällainen käsittely ei kuitenkaan ole niin tehokas kuin haluttaisiin ja käytettyjen entsyymiliuosten hävittäminen saattaa tuottaa

ympäristöongelmia.

Useita vuosia on osattu käsitellä selluloosakangasta silloitusaineella sen rypistymiskestävyyden parantamiseksi, kuten on kuvattu esim. Kirk-Othmerin Encyclopedia of Chemical Technology'ssa, 3. painos, 5 osa 22 (1983), Wiley-Interscience, artikkelissa nimeltään Textiles (Finishing), sivuilla 769-790, ja H. Petersenin artikkelissa Rev. Prog. Coloration, osa 17 (1987), sivut 7-22. Silloitusaineisiin voidaan joskus 10 viitata muilla nimillä, esim. silloitushartsit, kemialliset viimeistelyaineet ja hartsiviimeistelyaineet. Silloitusaineet ovat useita funktionaalisia ryhmiä, jotka kykenevät reagoimaan selluloosan hydroksyyli-ryhmien kanssa ristosiltojen muodostamiseksi, sisältäviä 15 pieniä molekyylejä. Tavanomaisen tyyppisessä viimeistelyprosessissa selluloosakangas käsitellään ensin silloitusaineella, esim. pinnoittamalla kyllästyshautteesta, kuivataan ja sitten lämmitetään hartsin kovettamiseksi ja silloittumisen aikaansaamiseksi (kyllästys-kuivaus-kovetus). On tunnettua, että rypistymiskestävyyttä antavat pintakäsittelyt haurastuttavat 20 selluloosakangasta johtaen kulutuskestävyyden, vetolujuuden ja repäisylujuuden menetykseen.

Ensimmäiset silloitusjärjestelmät perustuivat 25 formaldehydi-, ureaformaldehydi- ja melamiiniformaldehydihartseihin. Nämä kärsivät lukuisista ongelmista. Käsittely sai aikaan kankaan väliaikaisen jäykistymisen ulkoisesti tarttuvan hartsin vuoksi. Käsitelty kangas oli osallisena ei-toivottujen hajujen vapautumiseen varastoitaessa. Nämä haisevat aineet sisälsivät 30 hartsin kovettamiseen käytettyjä amiinikatalyyttejä ja myrkyllistä formaldehydikemikaalia. Siksi pidettiin tarpeellisena pestä käsitelty kangas ulkoisesti tarttuvan hartsin ja epämiellyttävien hajujen syntymistä 35 aiheuttavien hartsin kovettumisen sivutuotteiden poistamiseksi. Käsitellyn kankaan tällainen pesu ja myöhempi kuivaus lisäsi menetelmän kustannuksia.

Tällaisia järjestelmiä on korvattu monesti ns. vähän tai ei lainkaan formaldehydihartsia silloitusaineina sisältävillä järjestelmillä. Yksi tunnettu tällaisten aineiden joukko koostuu N-metylolihartseista, mikä tarkoittaa kaksi tai useampia N-hydroksimetyyli- eli N-alkoksimetyyliryhmiä, erityisesti N-metoksimetyyliryhmiä sisältäviä pieniä molekyylejä. N-metylolihartseja käytetään yleisesti silloituksen suorituksen parantamiseksi valittujen happokatalyyttien yhteydessä. Tyypillisessä menetelmässä n. 5-9 p% N-metylolihartsisilloitusainetta ja 0,4-3,5 p% happokatalyyttia sisältävä liuos pohjustetaan kuivalle selluloosakankaalle antamaan 60-100 p%:n märkätartunta, jonka jälkeen kostutettu kangas kuivataan ja lämmitetään silloitusaineen kovettamiseksi ja sitomiseksi kemiallisesti. Vähän tai ei lainkaan formaldehydiä sisältävillä hartseilla käsiteltyt kankaat eivät yleensä osoita väliaikaista jäykistymistä eivätkä vapauta epämiellyttäviä hajuja. Kovetetut sileät kankaat ja valmiit vaatteet pestään harvoin ennen myyntiä kuluttajalle.

Keksinnön ensimmäisen suoritusmuodon mukaisesti menetelmä lyocell-kankaan fibrilloitumispyrkimyksen vähentämiseksi käsittää vaiheet:

- a) käsitellään kangasta vähän tai ei lainkaan formaldehydiä sisältävällä silloitusaineella;
- b) lämmitetään kangasta olosuhteissa, jotka saavat aikaan reaktion hartsin ja selluloosan välillä;
- c) pestään kangas; ja
- d) kuivataan kangas.

Keksinnön tässä ja muissa suoritusmuodoissa kangas käsitellään silloitushartsilla ja lämmitetään reaktion aikaansaamiseksi hartsin ja sileän kankaan muodossa olevan selluloosan välillä. Keksinnön tämän ja muiden muotojen yhdessä suoritus-esimerkissä, joka on edullinen, kangas pestään ja kuivataan sileän kankaan muodossa ja sopii sen jälkeen leikattavaksi kap-

paleiksi vaatteiden tai muiden tekstiilituotteiden valmistusta varten. Keksinnön tämän ja muiden muotojen toisessa suoritusesimerkissä valmistetaan kangas ensin vaatteiksi tai muiksi tekstiilituotteiksi, jotka sit-
 5 ten pestään ja kuivataan keksinnön menetelmän toteut-
 tamiseksi.

Keksinnön toisen suoritusbuodon mukaisesti menetelmä lyocell-kankaan fibrilloitumisasteen alenta-
 miseksi käsittää vaiheet:

- 10 a) käsitellään kangas vähän tai ei lainkaan formaldehydiä sisältävällä silloitushartsilla;
- b) lämmitetään kangas olosuhteissa, jotka saavat aikaan reaktion hartsin ja selluloosan välillä;
- c) pestään kangas; ja
- 15 d) kuivataan kangas.

Keksinnön kolmannen suoritusbuodon mukaisesti menetelmä lyocell-kankaan valmistamiseksi, joka osoit-
 taa alhaisen fibrilloitumisasteen ja jolla on vähäinen fibrilloitumispyrkimys, käsittää vaiheet:

- 20 a) pestään ja värjätään kangas siten aikaan-
 saaden kankaan fibrilloituminen;
- b) käsitellään kangas vähän tai ei lainkaan formaldehydiä sisältävällä silloitushartsilla;
- c) lämmitetään kangas olosuhteissa, jotka
- 25 saavat aikaan reaktion hartsin ja selluloosan välillä;
- d) pestään kangas; ja
- e) kuivataan kangas.

Keksinnön tässä kolmannessa suoritusbuodossa kangas voidaan valinnaisesti valkaista pesun ja vär-
 30 jäyksen välillä vaiheessa (a) ja valinnaisesti kuivata
 vaiheiden (a) ja (b) välillä. Vaiheen (c) jälkeen kan-
 gas voi osoittaa niin suuren fibrilloitumisasteen, et-
 tä siitä valmistetut tekstiilituotteet eivät olisi
 kaupallisesti hyväksyttäviä. Vaiheen (e) jälkeen sile-
 35 än kankaan tai tekstiilituotteiden muodossa oleva kan-
 gas osoittaa hyvin alhaisen ja kaupallisesti halutun
 fibrilloitumisasteen.

Yksi joukko edullisia silloitusaineita koostuu N-metylolihartseista. Esimerkkejä sopivista N-metylolihartseista ovat Petersenin edellämainituissa Kirk-Othmerin artikkeleissa kuvaamat. Esimerkkeihin
 5 tällaisista hartseista kuuluvat 1,3-dimetylietyleeniurea (DMEU), 1,3-dimetyloliprolyleeniurea (DMPU) ja 4,5-dihydroksi-1,3-dimetylietyleeniurea (DHDMEU). Muihin esimerkkeihin kuuluvat uroneihin, triatsinoneihin ja karbamaatteihin perustuvat yhdisteet. Toisen
 10 esimerkin edullisesta silloitusaineryhmästä muodostaa 1,3-dialkyyli-4,5-dihydroksi(alkoksi)etyleeniureaan ja sen johdannaisiin perustuvat yhdisteet. Lisäesimerkki sopivasta silloitusaineesta on melamiini. Vielä muu esimerkki sopivasta silloitusaineesta on butaanitetra-
 15 karboksyylihappo (BTCA). Useampaa kuin yhtä silloitusainetyyppiä voidaan käyttää.

Silloitusaineita selluloosakankaan pintakäsittelemiseksi rypistymättömäksi käytetään yleensä yhdessä katalyytin kanssa. Katalyytti kiihdyttää sil-
 20 loittumisreaktiota ja hartsin kovettumista sekä kemiallista sitoutumista. Keksinnön menetelmä käyttää edullisesti hyväksi tällaista katalyyttiä, jos sitä suositellaan käytettäväksi valitun silloitusaineen kanssa. Esim. N-metylolihartseja käytetään edullisesti
 25 yhdessä happokatalyytin kanssa, esim. orgaanisen hapon, kuten etikkahapon, tai epäorgaanisen hapon, kuten sinkkinitraatin tai magnesiumkloridin kanssa. Heikkoja happoja, kuten ammoniumsuoloja, amiinisuoloja ja metallisuoloja voidaan käyttää. Seoskatalyyttijärjestel-
 30 miä voidaan käyttää.

Silloitusaine ja katalyytti levitetään kankaaseen edullisesti liuoksesta, edullisesti vedessä. Liuos voidaan levittää kankaaseen tunnetuilla tavoilla, esim. liuos voidaan kyllästä kankaalle tai kangas
 35 voidaan viedä käsittelyliuoskylvyn läpi. Liuos voi sisältää vähintään n. 2 p%, edullisesti 3-6 p% silloitusainetta. Jos käytetään katalyyttiä liuos voi sisäl-

tää vähintään n. 1 p%, edullisesti 1-2 p% katalyyttiä.

Keksinnön mukaisen silloitushartsilla käsittelyn jälkeen kangas lämmitetään silloitusaineen sitomiseksi kemiallisesti ja kovettamiseksi. Kangas voidaan myös kuivata. Lämmitysvaihe voi edeltää, olla osai tai seurata kuivausvaihetta. Lämmitysvaiheeseen tarvittu aika ja lämpötila riippuvat silloitusaineen ja käytetyn valinnaisen katalyytin ominaisuuksista. Lämmityksen ja valinnaisen kuivauksen jälkeen kangas voi sisältää vähintään n. 0,5 p%, edullisesti vähintään n. 1,0 p%, edullisemmin vähintään n. 2,0 p% kemiallisesti sitoutunutta silloitusainetta laskettuna selluloosan painosta. Kangas ei yleensä sisällä enempää kuin n. 4 p% sitoutunutta silloitusainetta laskettuna selluloosan painosta. On yleisesti havaittu, että n. 70-90 % määrän kankaan silloitusaineesta tulee sitoutuneeksi kemiallisesti selluloosaan.

Hartsin pitoisuus kylvyssä valitaan kyseisen hartsin aktiivisuuden ja kovettumiskyvyn mukaan antamaan kankaaseen kemiallisesti sitoutuneelle hartsille haluttu arvo.

Lämmityksen ja kiinnittymisen jälkeen kangas pestään ja kuivataan selluloosakankaiden tavanomaisten menetelmien mukaisesti.

Keksinnön mukaisesti käsitelty kangas osoittaa hyvin alhaisen fibrilloitumisasteen. Tämä on erityisen hämmästyttävää, koska käsittelyn silloitusaineilla uskotaan yleisesti alentavan selluloosakankaiden kulutuskestävyyttä. Keksinnön menetelmä vaatii ylimääräisen märkätyöstövaiheen ja, kuten tätä ennen on mainittu, tällaisten märkätyöstövaiheiden tiedetään aiheuttavan lyocell-kankaan fibrilloitumista. Keksinnön mukaisesti käsiteltyllä kankaalla on erinomainen fibrilloitumisen vastustuskyky verrattuna käsittelemättömään kankaaseen. Keksinnön mukaisesti käsitelty kangas sopii tekstiilituotteiden, kuten vaatteiden, valmistukseen. Tällaisia tekstiilituotteita voidaan

pestä fibrilloitumispyrkimyksen pienenemisen vain vähäisellä tai hitaalla menetyksellä.

Keksinnön menetelmä on käyttökelpoinen kankaaseen, joka on jo värjätty, mukaanlukien kangas, joka on värjätty menetelmillä, kuten värjäys köytenä, joiden tiedetään aiheuttavan mekaanista kulumista. Tämä on keksinnön eräs etu, koska tiedetään, että kankaan värjäys köytenä parantaa yleensä kankaan kuohkeutta ja jännitysten laukeamista johtaen parempaan käsiteltävyyteen. Keksinnön menetelmää voidaan käyttää kankaalle, joka on jo fibrilloitunut, vieläpä runsaasti fibrilloitunut. On havaittu hämmästyttävästi, että kun suuressa määrin fibrilloitunutta kangasta käsitellään keksinnön menetelmän mukaan, käsitelty kangas osoittaa yleensä hyvin alhaisen fibrilloitumisasteen. Useimpia sovellutuksia varten kangasta, joka osoittaa korkean fibrilloitumisasteen, pidetään vakiolaatua huonompana sillä seurauksella, että kalliita lisätyöstövaiheita ei pidetä perusteltuina. Keksinnön eräs erityinen etu on, että se mahdollistaa vakiolaatua huonomman kankaan muuntamisen vakiolaatuiseksi kankaaksi ja tekstiilituotteiksi.

Materiaaleja arvioitiin fibrilloitumisasteen osalta käyttäen allakuvattua menetelmää koemenetelmänä 1.

Koemenetelmä 1 (Fibrilloitumisen arviointi)

Ei ole yleisesti hyväksyttyä standardia fibrilloitumisen arvioimiseksi ja seuraavaa menetelmää käytettiin arvioitaessa fibrilloitumisindeksi (F.I).

Kuitunäytteet asetettiin kasvavan fibrilloitumisasteen mukaiseen järjestykseen. Kuidun standardipituus mitattiin sitten kustakin näytteestä ja laskettiin fibrillien määrä (kuidun päärungosta esiintulevat hienot karvaiset sivuhaarat) standardipituutta kohden. Kunkin fibrillin pituus mitattiin ja vapaasti määräytyvä luku, joka on tulo fibrillien lukumäärä kerrottuna kunkin fibrillin keskipituudella, määritettiin kullekin

kuidulle. Tämän tulon korkeimman arvon osoittavan kuidun yksilöitiin olevan fibrilloitunein kuitu, ja sille annettiin mielivaltaisen fibrilloitumisindeksi = 10. Täysin fibrilloitumattomalle kuidulle annettiin fibrilloitumisindeksi = 0, ja muut kuidut sijoitettiin tasaisesti välille 0-10 perustuen mikroskooppisesti mitattuihin vapaasti määräytyviin lukuihin.

Mitattuja kuituja käytettiin sitten muodostettaessa porrastettu standardiasteikko. Fibrilloitumisindeksin määrittämiseksi muulle kuitunäytteelle verrattiin visuaalisesti 5-10 kuitua porrastettuihin standardikuituihin mikroskoopin avulla. Kunkin kuidun visuaalisesti määritetyistä arvoista määritettiin keskiarvo fibrilloitumisindeksin antamiseksi testattavalle näytteelle. Arvioidaan, että visuaalinen määrittäminen ja keskiarvon laskeminen on monta kertaa nopeampi kuin mittaus, ja on havaittu, että taitavat kuituteknologit ovat yhdenmukaisia kuitujen luokittelussa.

Kankaiden fibrilloitumisindeksi voidaan arvioida kankaan pinnasta otetuille kuduille. Kudotut ja neulotut kankaat, joiden fibrilloitumisindeksi on suurempi kuin n. 2,0-2,5, tuovat esiin epämuodostuneen ulkonäön.

Keksintöä kuvataan seuraavilla esimerkeillä. Kussakin tapauksessa käytetty kuivaamaton kuitu valmistettiin suulakepuristamalla selluloosan liuosta N-metyylimorfoliini(N-)oksidissa (NMMO) vesihauteeseen ja pesemällä siten muodostettu kuitu vedellä, kunnes se on pääosin puhdas NMMO:sta.

Esimerkit

100 %:nen kehrätystä lyocell-langasta kudottu kangas, joka osoittaa fibrilloitumisindeksin 0, liimanpoistettiin, pestiin ja värjättiin suihkuvärjäyskoneessa. Liimanpoisto suoritettiin käyttäen kaupallisesti saatavana olevaa amylaasiyhdistettä 1,5 g/l sisältävää vesiliuosta pH:ssa 6,5-7,5 70°C:ssa 45 minuut-

tin ajan. Peseminen suoritettiin käyttäen 2 g/l natriumkarbonaattia ja 2 g/l anionista pesuainetta sisältävää vesiliuosta 95°C:ssa 60 minuutin ajan. Värjäys suoritettiin käyttäen 4 % kankaan painosta väriainetta

5 Procion Navy HE-R 150 (Procion on Zeneca plc:n kauppanimi), 80 g/l natriumsulfaattia ja 20 g/l natriumkarbonaattia sisältävää vesiliuosta 85°C:ssa 120 minuutin ajan. Kangas huuhdeltiin vedellä, ensin 70°C:ssa ja sitten huoneenlämpötilassa; huuhdeltiin saippuasta

10 käyttäen 2 g/l Sandopur SR (Sandopur on Sandoz AG:n kauppanimi) sisältävää vesiliuosta 95°C:ssa 20 minuutin ajan; lingottiin ja kuivattiin. Tämä menettely on tyypillinen selluloosakankaiden köytenä käsittelymenetelmä. Käsitelty kangas oli voimakkaasti fibrilloitunut ja osoitti fibrilloitumisindeksin 4,5.

Värjätyt kangasnäytteet kyllästettiin eri määriä vähän formaldehydiä sisältävää DHDMEU-hartsia (toimitettuna kauppanimellä Hoechst AG:n konsentroima Mark Arkofix NG) sisältävillä vesiliuoksilla. Liuokset

20 sisälsivät hartsin toimittajan suosittellemaa happoa vapauttavaa katalyyttiä 25 p% konsentroidun Arkofix NG:n määrystä. Kangasnäytteet kuivattiin sitten 110°C:ssa ja hartsia pikakovetettiin 30 sekunnin ajan 180°C:ssa. Sitten ne ladattiin uudelleen suihkuvärjäyskoneeseen ja pestiin kahdesti kuten aikaisemmin.

25 Sitten näytteet lingottiin, kyllästettiin märkämärälle menetelmällä 50 g/l silikonipohjaista pehmintä (saatavana Rudolf Chemicals Ltd'ltä kauppanimellä Rucofin A0736) sisältävällä vesidispersiolla ja

30 kuivattiin 110°C:ssa. Tulokset olivat taulukossa 1 esitetyt:

Taulukko 1

Hartsia kylvyssä, p%	0,0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0
Kankaaseen kemiallisesti sitoutunut hartsi, p%	0,0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0
F.I.	5,8	1,9	1,5	0,5	0,4	0,3

Kankaaseen kemiallisesti sitoutuneen hartsin määrän luvut ovat arvioituja lukuja perustuen 70 %:n aktiivikiintoaineen määrään konsentroidussa Arkofix NG:ssa, 80 % puristettuun nesteeseen ja 85 %:n kove-

5 tushyötysuhteeseen.

Voidaan nähdä, että käsittelemättömän kankaan fibrilloitumisindeksi kasvoi odotetusti 4,5:stä näiden ylimääräisten märkätyöstävaiheiden aikana, kun taas vertailukäsittely hartsilla todella alensi kankaan

10 fibrilloitumisindeksin 4,5:stä kaupallisesti hyväksyttävälle tasolle 1,9 tai sen alapuolelle.

PATENTTIVAATIMUKSET

1. Menetelmä lyocell-kankaan tuottamiseksi, joka osoittaa alhaisen fibrilloitumisasteen ja jolla on vähäinen fibrilloitumispyrkimys, t u n n e t t u
5 siitä, että se käsittää vaiheet:

a) pestään ja värjätään kangas siten aikaansaaden kankaan fibrilloituminen;

b) käsitellään kangas vähän tai ei lainkaan formaldehydiä sisältävällä silloitushartsilla;

10 c) lämmitetään kangas olosuhteissa, jotka saavat aikaan reaktion hartsin ja selluloosan välillä;

d) pestään kangas; ja

e) kuivataan kangas.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, 15 t u n n e t t u siitä, että värjäysvaihe suoritetaan kankaalle köyden muodossa.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että se käsittää kankaan valkaisuvaiheen pesuvaiheen jälkeen ja ennen värjätävää vaihetta. 20

4. Jonkin patenttivaatimuksista 1-3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että se käsittää kankaan kuivausvaiheen värjäysvaiheen jälkeen ja ennen kankaan käsittelyvaihetta silloitusaineella.

25 5. Menetelmä lyocell-kankaan fibrilloitumispyrkimyksen vähentämiseksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää vaiheet:

a) käsitellään kangas vähän tai ei lainkaan formaldehydiä sisältävällä silloitusaineella;

30 b) lämmitetään kangas olosuhteissa, jotka saavat aikaan reaktion hartsin ja selluloosan välillä;

c) pestään kangas; ja

d) kuivataan kangas.

6. Menetelmä lyocell-kankaan fibrilloitumisasteen alentamiseksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää vaiheet: 35

a) käsitellään kangas vähän tai ei lainkaan formaldehydiä sisältävällä silloitushartsilla;

b) lämmitetään kangas olosuhteissa, jotka saavat aikaan reaktion hartsin ja selluloosan välillä;

5 c) pestään kangas; ja

d) kuivataan kangas.

7. Jonkin patenttivaatimuksista 1-6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pesu- ja kuivausvaiheet, jotka seuraavat lämmitysvaihetta, suoritetaan sileälle kankaalle.

8. Jonkin patenttivaatimuksista 1-6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kangas valmistetaan vaatteiksi tai muiksi tekstiilituotteiksi lämmitysvaiheen jälkeen ja ennen pesuvaihetta.

15 9. Jonkin patenttivaatimuksista 1-8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että silloitusaine sisältää ainakin yhden N-metylolihartsin.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että N-metylolihartsia käytetään yhdessä happokatalyytin kanssa.

11. Jonkin patenttivaatimuksista 1-8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että silloitushartsi sisältää ainakin yhden uroneista, triatsinoneista, karbamaateista, 1,3-dialkyyli-4,5-dihydroksi(alkoksi)-etyleenisureasta ja sen johdannaisista, melamiinista ja butaanitetrakarboksyylilihaposta koostuvasta ryhmästä valitun hartsin.

12. Jonkin patenttivaatimuksista 1-11 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käsitte-
30 lyvaihe suoritetaan levittämällä 3-6 p% silloitusainetta sisältävä vesiliuos kankaaseen.

13. Jonkin patenttivaatimuksista 1-12 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että lämmitysvaiheen jälkeen kangas sisältää vähintään 2 p% selluloosan painosta kemiallisesti sitoutunutta silloitusainetta.