



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

218 349 B

(21) A bejelentés ügyszáma: P 95 01129

(22) A bejelentés napja: 1993. 10. 19.

(30) Elsőbbségi adatok:

9222059.9 1992. 10. 21. GB

(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/GB 93/02155

(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 94/09191

(51) Int. Cl.⁷

D 01 F 2/00

D 01 F 11/02

D 06 M 13/224

(40) A közzététel napja: 1995. 09. 28.

(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 2000. 08. 28.

(72) Feltaláló:

Potter, Christopher David, Derby, Derbyshire
(GB)

(73) Szabadalmas:

Courtaulds Fibres (Holdings) Ltd., London (GB)

(74) Képviselő:

S. B. G. & K. Budapesti Nemzetközi Szabadalmi
Iroda, Budapest

(54)

Szálkezelési eljárás

KIVONAT

A találmány tárgya eljárás csökkentett rostosodási tendenciával rendelkező, oldószerben fonott cellulózsál előállítására, amelynek során az oldószerben fonott cellulózszálat két vagy több, cellulózzal szemben reaktív funkció csoportot tartalmazó kémiai reagenssel kezelik.

A találmány szerint úgy járnak el, hogy a kezelésnek alávetett szál előzetesen szárított, és az alkalma-

zott kémiai reagens cellulózzal szemben reaktív funkció csoportként legalább két csoportot tartalmaz, amely csoportok elektrofil szén-szén kettős kötés vagy ezek prekursorai köréből és elektrofil háromtagú heterociklusos gyűrű és ezek prekursorai köréből származnak.

HU 218 349 B

A találmány tárgya javított eljárás, amelynek segítségével az oldószerben fonott cellulózsálak rostosodási készségét csökkentjük.

A szakirodalomban ismert, hogy cellulózszálat úgy állíthatnak elő, hogy az alkalmas oldószerben oldott cellulózoldatot egy koagulációs fürdőbe extrudálják. Ilyen eljárást írtak le például az US-A-4,246,221 számú szabadalmi bejelentésben, amelyet referenciaként adunk meg. A cellulózt valamely oldószerben, mint például tercier-amin-N-oxidban, például N-metil-morfolin-N-oxidban oldották. A kapott oldatot ezután alkalmas prösszerszámon keresztül extrudálták vizes fürdőben és így szálegyüttest hoztak létre, amelyet vízzel mostak, abból a célból, hogy az oldószer eltávolítsák, majd ezt követően szárították. Ezt az eljárást „oldószerfonó” eljárásnak nevezik és a kapott cellulózsál az úgynevezett „oldószerben fonott” cellulózsál. Az oldószerben fonott cellulózszálat meg kell különböztetni az egyéb módszerekkel előállított cellulózsálaktól, amely utóbbi eljárások során a cellulóz oldható kémiai származékát állítják elő, majd ezt később lebontják és így a cellulózt regenerálják. Ilyen eljárás például a viszkozéjeljárás.

A szálak gyakran rostosodásra hajlamosak, különösen amennyiben nedves állapotban mechanikai feszültség alá kerülnek. A rostosodás úgy történik, hogy a szál szerkezet hosszanti irányban felbomlik és igen kis méretű szálacskák részben leválnak a szálról. Ennek következtében a szál hajszerű megjelenésűvé válik, illetve a szálból gyártott terméknek a megjelenése is ilyené alakul, amely termék lehet például fonott vagy szőtt szál anyag. A festett rostosodott szálakat tartalmazó szövött anyag gyakran úgynevezett „homályos” felületűvé válik, amely esztétikailag nem megfelelő lehet. A fenti rostosodást valószínűleg az okozza, hogy a nedves és duzzadt állapotban a szálak kezelése történik és közben a szálakat mechanikai dörzsölés éri. A nedves kezelési eljárás, például a festés során elkerülhetetlen a szálak mechanikai dörzsölése. Amennyiben a kezeléseket magasabb hőmérsékleten és hosszabb időtartamon át végezzük, ez nagyobb valószínűséggel, nagyobb fókuszrostosodáshoz vezet. A vizsgálatok szerint az oldószerben fonott cellulózsál különösen érzékeny a fenti dörzsölésre és ennél fogva érzékenyebb a rostképzésre, mint az egyéb típusú cellulózsálak. A jelen találmány tárgya eljárás oldószerben fonott cellulózsál kezelésére, abból a célból, hogy rostosodási készségét csökkentjük vagy inhibáljuk. A vizsgálatok azonban kimutatták, hogy bizonyos ilyen kezelés a szál mechanikai jellemzőinek romlását okozza és a szálak tartóssága és nyithatósága romlik, például a szál törékennyé válik, különösen romlik a szál, illetve a szálból szövött anyag feldolgozhatósága, elsősorban festhetősége. Nehéz olyan kezelési eljárást kidolgozni, amely a rostosodásban megfelelő csökkenést eredményez, ugyanakkor a fenti káros mellékhatásokkal nem rendelkezik.

Az EP-A-538,977 számú szabadalmi bejelentésben leírtak egy eljárást, amely oldószerben fonott cellulózsál kezelésére alkalmas és csökkenti annak rostosodási készségét. Az eljárás során a szálat olyan kémiai

reagenssel kezelték, amely a cellulózzal szemben reaktív 2–6 funkciós csoportot tartalmaz. A leírásban megállapították, hogy a nem kezelt szál és a kezelt szál előnyösen lényegében azonos színű legyen, továbbá, hogy a cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportok ugyanazok legyenek, mint amelyek megtalálhatók a szállal reagáló cellulózfestékekkel. Ilyen csoportokat írtak le például a „reaktív festékek” közlemény 374–392. oldalán (Kirk-Othmer, Encyclopaedia of Chemical Technology, 3rd, Volume 8/1979, Wiley-Interscience/). Előnyösen alkalmazható ilyen funkciós csoportok a reaktív halogénatomok, amelyek poliazingyűrűhöz kapcsolódnak, mint például fluoratom, klóratom vagy brómatom, amely piridazingyűrűhöz, pirimidingyűrűhöz vagy szimmetrikus triazingyűrűhöz kapcsolódik. Egyéb alkalmazható funkciós csoportok például a vinilszulfonok és ezek prekursorai. Az EP-A-538,977 számú szabadalmi bejelentésben közölt példák nagy részében az alkalmazott kémiai reagens poliazingyűrűhöz kapcsolódó halogénatomokat tartalmaznak egyetlen funkciós csoportként, amely cellulózzal szemben reaktív. Azonban a leírásban egy kereskedelembe kapható festéket is alkalmaznak, amely például egy klóratomot és egy vinilszulfoncsoporthoz tartalmaz triazingyűrűhöz kapcsolótnak.

Az FR-A-2273091 számú szabadalmi bejelentésben leírtak eljárást, többtagú viszkóz műselymszál előállítására, amely csökkent rostosodási készséggel rendelkezik. Az eljárás során a szálat az elsődleges gél állapotban kezelték, amely állapot a többtagú viszkóz műselyem előállításának jellemző fázisa. A kezelés céljára egy térhálósító reagenst alkalmaztak, amely legalább két akril-amido-csoportot tartalmazott, továbbá az eljárásban alkalikus katalizátort használtak. Az elsődleges többtagú gél egy igen nagy mértékben duzzadt gélforma, amely 190–200 tömeg% víztartalommal rendelkezik. Ez csakis olyan többtagú viszkóz műselyemben található, amelyet sosem szárítottak. A felvett víztartalmat úgy határozzák meg, hogy a csontszáraz anyag tömegegységére vonatkoztatva milyen mennyiségű vizet tart vissza. Összehasonlítás céljából például a szokásos viszkóz műselymszál, amelyet sosem szárítottak, általában 120–150 tömeg% vízbeszívódást tartalmaz. Az FR-A-2273091 számú szabadalmi bejelentésben előnyösen alkalmazható térhálósító reagensként a példákban triakrilolil-hexahidro-1,3,5-triazint és N,N'-metilén-biszakrilamidot alkalmaztak.

A találmány tárgya eljárás oldószerben fonott cellulózsál előállítására, amely szál csökkentett rostosodási hajlammal rendelkezik és amely eljárás során a szálat két vagy több, cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportot tartalmazó kémiai reagenssel kezeljük, azzal jellemezve, hogy a szálat korábban szárítottuk és az alkalmazott reagens cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportokat tartalmaz, és legalább két ilyen csoport az elektrofil szén-szén kettős kötések, illetve prekursorai, valamint elektrofil háromtagú heterociklusos gyűrűk és prekursoraik osztályából választott.

Vizsgálataink során meglepően azt találtuk, hogy a jelen találmány szerinti eljárás jellemző tulajdonságait

kombinálva előnyösen csökkenthető a rostosodásra való hajlam és ez a csökkenés minden korábban leírt eljárásnál nagyobb mértékű.

A jelen találmány szerinti kezelési eljárás jellemzői, hogy ebben előzetesen szárított szálát alkalmazunk, illetve elektrofil szén-szén kettős kötéseket vagy elektrofil háromtagú heterociklusos gyűrűket funkciós csoportként tartalmazó kezelőreagenst választunk.

A jelen találmány tárgya továbbá eljárás oldószerben fonott cellulózsál előállítására, amely szál csökkentett rostosodási hajlammal rendelkezik, amely eljárásban a szálát két vagy több, cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportot tartalmazó kémiai reagenssel kezeljük, azzal jellemezve, hogy a szál előzetesen szárított és hogy a reagens, amely a cellulózzal reagál, a reakció során legalább két alifás étercsoportot képez. Ezek az alifás étercsoportok a cellulóz hidroxilcsoportjaiból származtathatók le.

Az eljárásban alkalmazott kémiai reagens előnyösen elektrofil szén-szén kettős kötéseket tartalmaz a cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportként. Az elektrofil szén-szén kettős kötéseket a nukleofil addícióval szemben úgy aktiválhatjuk, illetve polarizálhatjuk, hogy ezeken legalább egy elektronszívó csoportot tartalmazó vegyületeket választunk. A cellulóz hidroxilcsoportokat tartalmaz, amelyek az elektrofil szén-szén kettős kötésekkel például Michael addíciós reakcióban reagálnak és étercsoportokat képeznek. Előnyösen alkalmazhatók az egyetlen elektronszívó csoporttal szubsztituált elektrofil szén-szén kettős kötések. Alkalmazható elektronszívó csoportok a karbonilcsoport, mint például az amidcsoport vagy észtercsoport és a szulfoncsoportok. Ilyen előnyös funkciós csoportok például az akrilamido-csoport és az akrilát-észter-csoportok. Az elektrofil szén-szén kettős kötések prekursorai lehetnek például a β -szulfáto-etilszulfon és a β -klór-etilszulfon-csoportok. A szén-szén kettős kötés előnyösen egy vinilcsoportban található kettős kötés. Ilyen előnyös funkciós csoport például a vinilszulfoncsoport. Amennyiben a kettős kötést további szubsztituenssel látjuk el, ez általában csökkenti a kötés reaktivitását a nukleofil addícióval szemben. A cellulózban található hidroxilcsoportok az ilyen reagensekkel úgy reagálnak, hogy $-XCH_2CH_2O$ -csoportok keletkeznek, ahol X jelentése elektronszívó csoport, mint például $-CO$ -csoport vagy $-SO_2$ -csoport és az oxigénatom a cellulóz hidroxilcsoportból származik.

A találmány szerinti eljárásban alkalmazott kémiai reagens más esetben elektrofil háromtagú heterociklusos gyűrűket tartalmazhat mint cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportokat. Ilyen gyűrűk lehetnek például az aziridingyűrűk, amelyekben a szénatomok előnyösen nem szubsztituáltak és a nitrogénatom terciér-nitrogénatom. A cellulózban található hidroxilcsoportok az aziridingyűrűkkel reagálnak (amely gyűrűk a kezelőreagensben található) és a gyűrű felnyílik, amely reakció során $-NHCH_2CH_2O$ -csoport képződik és a cellulóz a reagenshez éterkötéssel keresztül kapcsolódik. Aziridingyűrű-prekursorok lehetnek például a 2-klór-etil-amino-csoport, a 2-szulfáto-etil-amino-cso-

port, a 2-klór-etil-amido-csoport és a 2-klór-etilszulfonamido-csoport.

A kémiai reagensben található csoportok és kötések előnyösen kémiai hidrolízissel szemben a szokásos textiltfeldolgozási és -mosási eljárások során fellépő körülmények között ellenállóak. A kémiai reagensek, amelyekben a funkciós csoportok vinilszulfoncsoportok vagy különösen előnyösen akrilamido-csoportok, előnyösen alkalmazhatók. A reagensben található funkciós csoportok azonosak vagy eltérőek lehetnek. A kémiai reagens ezen túlmenően egy vagy több más funkciós csoportot is tartalmazhat, amelyek eltérőek az elektrofil szén-szén kettős kötésektől és ezek lehetnek például poliazingyűrűhöz csatlakozó reaktív halogénatomok.

A találmány szerinti kezelési eljárás azzal az előnnyel rendelkezik, hogy a reagens és a cellulóz között képződő kötések kémiai hidrolízisnek ellenállnak olyan körülmények között, amelyek általában a szálfeldolgozási eljárások, illetve mosási eljárások során fellépnek, mint például enyhe alkalikus körülmények közötti kémiai hidrolízisnek ellenállnak. Ezek a kötések alifás étercsoportok. Vizsgálataink során azt találtuk, hogy amennyiben az oldószerben fonott cellulózszálat a fenti reagens helyett az EP-A-538,977 számú szabadalmi bejelentésben leírt halogénezett poliazin típusú reagenssel kezeljük, a rostosodási készség csökkenése elvész, amikor a kezelt szálát tartalmazó textilt öblítjük vagy mossuk. Az ott leírt reagensek a cellulózszállal úgy reagálnak, hogy számos aromás/alifás étercsoportot képeznek, amelyek ezután szálfeldolgozás, illetve mosás során kémiai hidrolízist szenvednek.

A szakirodalomból ismert, hogy a vinilszulfoncsoportot, különösen az akrilolil-amino-csoportot (akrilamido-csoport) tartalmazó szállal szemben reaktív festékek kevésbé reaktívak cellulózzal szemben, mint az olyan festékek, amelyek reaktív savkloridok (imid-kloridok) különösen mint a diklór-triazin, illetve a diklór-pirimidin reaktív festékek. Ebből eredően igen meglepő tapasztalat volt, hogy az ilyen kevésbé reaktív csoportok igen hatásosak a rostosodási tendencia csökkentésében.

Az alkalmazott kémiai reagens általában cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportként 2-6, előnyösen 3-6, gyakran 3 vagy 4, szokásosan 3 elektrofil szén-szén kettős kötést vagy háromtagú heterociklusos gyűrűt vagy ezek prekursorát tartalmaznak. Az alkalmazott kémiai reagens előnyösen legalább egy gyűrűt tartalmaznak, amely legalább három, különösen előnyösen három, cellulózzal szemben reaktív funkciós csoport szubsztituenszt tartalmaz. Ilyen gyűrűk lehetnek például a poliazilgyűrűk, mint például a diazingyűrű vagy a triazingyűrű, amelyek hidrogénezett formájuk is lehetnek. Az előnyösen alkalmazható reagens a triakrilolil-hexahidro-triazin (1,3,5-tripropenolil-perhidro-1,3,5-triazin, TAHT rövidítés), amelyet korábban festékfixáló anyagként alkalmaztak. Más alkalmazható reagens lehet például két molekula TAHT és egy bifunkciós reagens, amely a TAHT molekulákkal képes reagálni, reakciójából származó termék, ahol a bifunkciós reagens például alifás diol lehet. Más alkalmazható reagens a

2,4,6-trisz(1-aziridinil)-1,3,5-triazin. További alkalmazható reagens az N, N'-metilén-biszakrilamid.

A találmány szerinti eljárásban alkalmazott oldószerben fonott szál, amelyet az eljárással kezelünk, előnyösen ugyanolyan színű, mint a nem kezelt szál. Ezt úgy érhetjük el, hogy olyan kémiai reagenst alkalmazunk, amely szintelen és a kezelés során a szál színét lényegében nem változtatja meg. Ilyen reagens például a TAHT. Az így kezelt szál ebből eredően festésre alkalmas, amely festést, bármely cellulózzsálak, -fonalak vagy -textilek festésére alkalmazott eljárás lehet.

A kémiai reagenst előnyösen a szála vízbe oldat formájában alkalmazzuk. A kémiai reagenst, egy vagy több, oldhatóságot elősegítő csoportot tartalmazhat, amely biztosítja vízben való javított oldhatóságát. Az oldódást elősegítő csoport lehet valamely ionos csoport, mint például szulfonsavcsoport vagy nem ionos csoport, mint például oligomer polietilénlikol vagy polipropilénlikollánc. A nem ionos csoportok általában kisebb hatást gyakorolnak a cellulózzsál alapvető festési jellemzőire, ennél fogva az ionos csoportokkal szemben erre a célra előnyösebben alkalmazhatók. Az oldhatóságot elősegítő csoport a kémiai reagenssel labilis kötéssel, mint például hidrolízisre érzékeny kötéssel kapcsolódhat és miután a kémiai reagenst a cellulózzsállal reagáltattuk, erről így hidrolízissel eltávolítható.

Az oldószerben fonott cellulózzsál ismert előállításának eljárása az alábbi lépéseket tartalmazza:

- (i) a cellulózt valamely oldószerben, például valamely tercier-amin-N-oxidban oldjuk és oldatot képzünk, amely oldás céljára vízzel elegyedő oldószert alkalmazunk;
- (ii) az oldatot megfelelő prérésszámon keresztül extrudáljuk és így szálprekurzort képzünk;
- (iii) a szálprekurzort legalább egy vízbe fürdön átvezetjük és így az oldószert eltávolítjuk és szálát képzünk, majd a szálát mossuk; és
- (iv) a szálát szárítjuk.

A (iii) lépés végén nyert nedves szál sosem szárított szál és jellemzően 120–150 tömeg% felszívott vizet tartalmaz. A (iv) lépés végén nyert szárított szál jellemzően körülbelül 60–80 tömeg% felszívott vizet tartalmaz. A találmány szerinti eljárással kezelt oldószerben fonott cellulózzsál az a szál, amely már szárított, azaz a (iv) lépés után nyert anyag.

A találmány szerinti eljárást szokásos, szállal reaktív festési eljárásokhoz hasonló módon hajthatjuk végre, amely eljárást általában cellulóz esetében alkalmazzuk és az eljárás során a kémiai reagenst hasonló módon vagy közel hasonló módon alkalmazzuk, mint bármely reaktív festéket. Az eljárást kóc vagy szál formájú szálon, fonálon vagy szövött vagy fonott textilen végezhetjük. Előnyösen az eljárást a szövött anyagon bármely festési eljárás előtt hajtjuk végre, még előnyösebben valamely öblítési kezelés során végezzük. Az eljárást más esetben egy festési eljárással párhuzamosan vagy ezt követően is végezhetjük, illetve végezhetjük egy öblítési és egy festési eljárással együtt is. A cellulóz esetében alkalmazott szokásos festékek, mint például a direkt vagy reaktív festékek alkalmazhatók az ilyen

festési eljárásokban. A találmány szerinti eljárást úgy hajthatjuk végre, hogy olyan festőfürdőt alkalmazunk, amely a szokásos reaktív festéket, illetve a kezelő kémiai reagenst is tartalmazza. Az alkalmazott fenti festékekben található funkciócsoportok, illetve a reagensben található funkciócsoportok azonos vagy eltérő kémiai csoportok lehetnek.

A találmány szerinti eljárással a cellulózzsál rostosodási tendenciája csökkenthető anélkül, hogy a szál festhetőségét jelentősen csökkentenénk. Lehetséges, hogy a festett szálról a festéket leoldjuk vagy a találmány szerinti eljárással kezelt szálról a festéket eltávolítsuk, majd ezt követően a szálát túlzott rostosodás elkerülésével újrafessük. A viszonylag erőteljes körülmények között végzett kémiai kezelés után, amely a szálról vagy a textilről a festék eltávolításához szükséges, a találmány szerint kezelt szál vagy textil továbbra is alacsony rostosodási tendenciát mutat.

A találmány szerinti eljárásban alkalmazott kémiai reagensben található elektrofil szén-szén kettős kötések leggyorsabban akkor reagálnak a cellulózzsal, amennyiben alkalikus körülményeket alkalmazunk. Ennél fogva előnyösen az oldószerben fonott szálát enyhén alkalikus körülmények között vízbe oldatban kezelhetjük a kémiai reagenssel, amely oldatot például úgy teszünk bázikussá, hogy nátrium-karbonátot (szóda, hamu) vagy nátrium-hidroxidot adagolunk hozzá. Amennyiben kémiai reagensként az eljárásban TAHT anyagot alkalmazunk, az oldat pH-értéke előnyösen 10–13, legelőnyösebben 10,5–11,5 közötti. Más eljárás szerinti olyan technológiát is alkalmazhatunk, amelynek során a szálát kétlépéses eljárással kezeljük. Az első lépésben a szálát enyhén bázikus vízbe közeggel kezeljük és a második lépésben alkalmazzuk a kémiai reagens oldatát. Ez az eljárás azonban általában kevésbé előnyös. Ezt a kezdeti kezelést szálak vagy szövött anyagok esetében alkalikus anyagokkal általában a festési iparban aktiválási előkezelésnek nevezik. A kétlépéses eljárás második lépésében alkalmazott kémiai reagensoldat alkalikus anyagot tartalmazhat vagy anélkül készülhet.

A kémiai reagensben található elektrofil csoportok a cellulózzsal szobahőmérsékleten reagálhatnak, azonban általában előnyös hő alkalmazása, hogy a reakció megfelelő mértékű előrehaladását biztosítsuk. Például a reagenst forró oldat alkalmazásával használhatjuk vagy a reagenssel nedvesített szálát melegíthetjük, vagy gőzzel kezelhetjük, vagy a nedvesített szálát melegíthetjük abból a célból, hogy megszársítsuk. Amennyiben a szálát vagy szövetet gőzzel kezeljük, előnyösen alacsony nyomású gőzt alkalmazunk például 100–110 °C hőmérsékleten és a gőzölési idő például 5–20 perc időtartam lehet.

A kezelt szálát ezután enyhén savas körülmények között öblíthetjük, például az öblítésre híg ecetsavoldatot alkalmazhatunk a kémiai reagens és a cellulózzsál reakciója után abból a célból, hogy az adagolt alkalikus anyagot semlegesítsük.

A szálát a reakció céljából 0,1–10 tömeg%, előnyösen 0,2–5 tömeg%, előnyösebben 0,5–3 tömeg%, legelőnyösebben 1–2 tömeg% kémiai reaktánsal kezel-

hetjük, amely tömeg%-ot a szál tömegére számítunk. A kémiai reagenset cellulózzsálal előnyösen olyan mértékben reagáltatjuk, hogy a cellulózzsálal található festési helyek kisebb, mint 10%-a és előnyösen kisebb, mint 5%-a legyen lekötve. Ebből eredően lehetővé tesszük, hogy színes festékekkel a szálakat a későbbiekben festhessük, amely festékek lehetnek reaktív vagy nem reaktív festékek.

A találmány szerinti eljárás alkalmazható fonott vagy szövött szövetben található szálak esetében is. A fonott szál általában sokkal érzékenyebb rostosodásra, mint egy szövött szál. A találmány szerinti eljárással kezelt textil vagy szövött anyag ezután tovább feldolgozható különösen festhető vagy kiterjedt formában vagy fonal formában, amely utóbbi eljárás során a szál, illetve szövött anyag sokkal nagyobb dörzsölődést és kopást szenved. Ez a kezelés lehet például gőzsugárkezelés. A fonott szövet ritkán kerül feldolgozásra nyitott formában, előnyösen fonal formában kezelik. A szövött szövet általában nyitott formában kerül kezelésre és a fonalfonal-kezelés ritkább, abból a célból, hogy a csúnya jelek, illetve ráncok megjelenését elkerüljük.

A találmány szerinti eljárás előnye, hogy a szál vagy a szövött szövet szokásos nedves eljárás folyamán kezelhető, ennél fogva nem szükséges további feldolgozási idő vagy feldolgozási lépés az eljáráshoz. A gép-
idő költsége jelentős tényező a szál vagy szövött anyag feldolgozásában, ennél fogva ez túlkompenzálhatja az alkalmazott vegyszerek árát.

A cellulózzsálal különösen szövött anyag esetében, amelyet ezekből a szálakból képeznek, celluláz enzimmel kezelhetjük, és így a felületi szálacsákát és rostokat eltávolíthatjuk. A celluláz enzim vizes oldat formájú lehet, amely oldat koncentrációja 0,5–5 tömeg%, előnyösen 1–3 tömeg% közötti lehet. Az oldat pH-értéke 4–6 közötti. Az oldatban nemionos mosószer is alkalmazható. A szál kezelését 20–70 °C, előnyösen 40–65 °C, legelőnyösebben 50–60 °C közötti hőmérsékleten végezhetjük, a kezelés időtartama 15 perc–4 óra közötti lehet. A fenti cellulázkezelést abból a célból alkalmazhatjuk, hogy az oldószerben fonott szálakról, fonalakról és szövetekről a rostokat eltávolítsuk azután, hogy ezek a fenti anyagok a találmány szerinti eljárással kémiai reagenssel kezeltek voltak.

A találmány szerinti eljárást az alábbi példákon részletesen bemutatjuk. Az oldószerben fonott cellulózzsálal kereskedelemben kaphatók a Courtaulds Fibres Limited cégnél. A szálak kereskedelmi neve „Tencel”, minden esetben a kísérletekben ezeket a szálakat alkalmaztuk. A szálak rostosodási fokát az alábbiakban az 1. tesztvizsgálati eljárásban bemutatott skála szerint értékeltük és a rostosodási tendenciát a 2–4. tesztvizsgálati eljárásokban bemutatott módon határoztuk meg.

1. tesztvizsgálati eljárás (rostosodás meghatározása)

A rostosodás mértékének meghatározására nincs általános elfogadott szabvány. Az alábbi eljárást a rostosodási index (F. I.) meghatározására alkalmazzuk. Szálminta-sorozatot mértünk abból a célból, hogy meghatá-

rozzuk a 0, illetve a növekvő mértékű rostosodást. A szálak standard hosszát határoztuk meg, majd mértük a szálacsákát (finom hajszerű szálak, amelyek a szál főtestéből állnak ki) számát a standard hossz mentében. Valamennyi rostsál hosszát mérjük, majd egy önkényes számot képzünk, amely a rostsálak száma és az egyes rostsálhoz átlagos hosszának szorzata. Ezt a számot minden egyes számról meghatározzuk. A legnagyobb ilyen szorzattal rendelkező szálat tekintjük a legrostosabb szálnak és ezt önkényesen egy 10 rostosodási indexszámmal jelöljük. A teljesen rostmentes szálat 0 rostosodási indexszámmal jelöljük, a többi szálat pedig a 0 és 10 szám között helyezük el a mikroszkópos vizsgálat alapján meghatározott, önkényesen képzett számok alapján.

A mért szálakat ezután standard fokozatskálaként tekintjük. Abból a célból, hogy bármely más szálmintára a rostosodási indexet meghatározzuk, 5 vagy 10 szálat vizuálisan összehasonlítunk mikroszkóp segítségével a standard fokozatba sorolt szálakkal. Az egyes szálak vizuálisan meghatározott számát (mérőszámát) átlagoljuk és így az egyes mintákra rostosodási indexszámot képezünk a tesztvizsgálatban. Általában a vizuális meghatározás és az átlagolás számos esetben gyorsabb, mint a mérés, és úgy találtuk, hogy képzett száltechnológusok igen jól meg tudják határozni az egyes szálak ilyen mérőszámát.

A szövött anyagok rostosodási indexszámát a textil felületén végzett mérések alapján határozzuk meg. A körülbelül 2,0–2,5 közöttinél nagyobb rostosodási indexszel rendelkező fonott szövetek csúnya megjelenést mutatnak.

2. tesztvizsgálat (öblítés, fehérítés, festés)

(i) Öblítés

Körülbelül 25 cm hosszú, 4 cm átmérőjű és körülbelül 250 ml térfogatú rozsdamentes acélhengerben, 1 g szálat helyezünk. A hengerben, 50 ml szokásosan alkalmazott öblítőoldatot mérünk, amely 2 g/l Detergyl FS955-t (anionos detergens, amely ICI plc terméke) (márkanév Detergyl) tartalmaz, továbbá az oldathoz 2 g/l nátrium-karbonátot adagoltunk. Ezután a hengert tartályt csavaros fedővel lezárjuk, majd a lezárt hengert 60/perc alkalommal megforgatjuk, ezt a forgatási eljárást 95 °C hőmérsékleten 60 percen át végezzük. Az öblített szálat ezután forró, majd hideg vízzel öblítjük.

(ii) Fehérités

A szálnak 50 ml fehéritőoldatot adunk, a fehéritőoldat 15 ml/l, 30 tömeg%-os hidrogén-peroxidot, 1 g/l nátrium-hidroxidot, 2 g/l Prestogen PC segédanyagot (fehéritőstabilizáló, BASF AG terméke) (Prestogen márkanév) és 0,5 ml/l Irgalon Pa segédanyagot (elválasztóanyag, a Ciba-Geigy AG terméke) (Irgalon márkanév) tartalmaz. Ezután a hengert a csavaros tetővel lezárjuk, majd a korábbiak szerint 90 percen át 95 °C hőmérsékleten forgatjuk. A fehéritett szálat ezután forró, majd hideg vízzel öblítjük.

(iii) Festés

A szálakhoz 50 ml festőoldatot adunk, amely a szál tömegére vonatkoztatva 8 tömeg% Procion Navy HER

150 festéket tartalmaz (reaktív festék) (Procion márka-név, ICI plc terméke), továbbá 55 g/l Glauber-sót adagolunk az elegyhez. A hengert lezárjuk, majd a korábbiak szerint 10 percen át 40 °C hőmérsékleten forgatjuk. Ezután a hőmérsékletet 80 °C értékre emeljük, majd 20 g/l koncentrációhoz szükséges mennyiségű nátrium-karbonátot adunk az oldathoz. A hengert ismét lezárjuk, majd 60 percen át forgatjuk. Ezután a szálát vízzel öblítjük. Ezt követően a szálakhoz 50 ml 2 ml/l koncentrációjú Sandopur SR-tartalmú oldatot adunk (Sandoz AG terméke, mosószer) (Sandopur márkanév), a hengert lezárjuk, majd ezt követően a korábbiak szerinti 20 percen át 120 °C hőmérsékleten forgatjuk. A festett szálát ezután öblítjük, majd szárítjuk. Ezt követően meghatározzuk rostosodását az 1. tesztvizsgálati eljárásnak megfelelően.

3. tesztvizsgálat (mosás és forgatva szárítás)

A szálakat szokásos nedves dörzsolési eljárásnak tesszük ki jellemzően alkalmazott házi mosás és forgatva szárítás ciklusokat alkalmazva (W/T). Ezután a szálakat, illetve a szövött anyagot Daz segítségével mosuk (háziilag alkalmazott mosószer, amely a Procter & Gamble Limited terméke) (Daz márkanév), a mosást 60 °C hőmérsékleten 45 percen át végezzük.

4. tesztvizsgálat (nyersanyagkeverés)

Amennyiben a vizsgálandó szál korábban nem öblített, akkor ezt a 2. tesztvizsgálat szerint (i) öblítjük.

0,5 g szálát 5–6 mm hosszra vágunk, majd 500 ml vízzel szobahőmérsékleten elegyítjük. Ezután az elegyet egy házi keverőbe helyezzük, majd a keverőt 2 percen át körülbelül 12 000 fordulat/perc sebességgel működtetjük. Ezután a szálakat eltávolítjuk, majd megszáritjuk, és az 1. tesztvizsgálati eljárásnak megfelelően rostosodási mértékét meghatározzuk. A 4. tesztvizsgálati eljárás sokkal komolyabb rostosodási körülményeket biztosít, mint a 2. tesztvizsgálati eljárás.

1. összehasonlító példa

Eddig nem szárított, oldószerben fonott cellulózsál (1,7 dtex kóc, 30 cm hosszúságú) kitöltünk 100 ml

vizes alkalikus oldattal, amely 10 g/l N,N'-metilén-biszakrilamid- és 100 g/l nátrium-szulfát-tartalmú. Ezt az eljárást különféle körülmények között elvégezzük, majd a kapott anyagot 0,1 térfogat% ecetsavval öblítjük és megszáritjuk. A rostosodási indexértéket a 4. tesztvizsgálat segítségével határozzuk meg. Az egyes kezeléseket, illetve a rostosodási indexértékeket az alábbi táblázatban adjuk meg.

Alkalikus anyag	Kezelés	Rostosodási index
–	nincs	5,6 (4 mérés átlaga)
Na ₂ CO ₃ (20 g/l)	telítés 3 × 5 perc	3,4
Na ₂ CO ₃ (20 g/l)	gőzkezelés 10 perc	4,8
Na ₂ CO ₃ (20 g/l)	gőzkezelés 20 perc	2,9
NaOH (20 g/l)	gőzkezelés 20 perc	4,4
Na ₂ CO ₃ (20 g/l)	70 °C kezelés 8 perc	3,5

A gőzkezelést 100 °C hőmérsékleten 98% relatív nedvességtartalmú közegben végezzük. Amennyiben alkalikus anyagként nátrium-hidroxidot (NaOH) alkalmazunk, a szál elszíntelenedik. Valamennyi esetben a rostosodási index kismértékű javulását tapasztaltuk.

2. összehasonlító példa

Nem szárított, oldószerben fonott cellulózsál (1,7 dtex, 30 cm hossz) telítjük vizes alkalikus oldattal (100 ml), amely 20 g/l TAHT-tartalmú, a telítést különböző körülmények között végezzük, majd a szálakat 0,1 térfogat%-os ecetsavval öblítjük és megszáritjuk. A rostosodási indexszámot a 4. tesztvizsgálati eljárással határozzuk meg. Az egyes kezelések körülményeit és a nyert rostosodási indexértékeket az alábbiakban adjuk meg.

Alkalikus anyag	Na ₂ SO ₄	Kezelés	Rostosodási index
–	–	nincs	5,0
Na ₂ CO ₃ (20 g/l)	–	20 perc gőzölés	0,3
Na ₂ CO ₃ (20 g/l)	–	120 °C hőmérsékleten 2 perc szárítás, 1 perc gőzölés	0,3
NaOH (20 g/l)	–	telítés 40 °C értéken	0,7
Na ₂ CO ₃ (10 g/l)	75 g/l	20 perc gőzölés	0,2
Na ₂ CO ₃ (10 g/l)	75 g/l	120 °C hőmérsékleten 2 perc szárítás, 1 perc gőzölés	0,6
Na ₂ CO ₃ (10 g/l)	50 g/l	20 perc gőzölés	0,2
Na ₂ CO ₃ (10 g/l)	50 g/l	120 °C hőmérsékleten 2 perc szárítás, 1 perc gőzölés	1,2
Na ₂ CO ₃ (10 g/l)	–	nem melegített	3,2
Na ₂ CO ₃ (10 g/l)	–	20 perc gőzölés	0,1
Na ₂ CO ₃ (10 g/l)	–	120 °C hőmérsékleten 2 perc szárítás, 1 perc gőzölés	0,3

Csaknem valamennyi esetben jelentős rostosodási indexjavulást tapasztaltunk. Azonban az ilyen kezelésekben igényelt melegítési idő folyamatos termelés esetében elfogadhatatlan az oldatban fonott szálak gyártása során.

3. összehasonlító példa

Három sohasem szárított, oldószerben fonott cellulózszálat kezelünk különféle eljárások során TAHT oldatokkal az alább leírtaknak megfelelően. Ezek után a szálakat mossuk/öblítjük, fehérítjük és szárítjuk a 2. tesztvizsgálat eljárásának megfelelően. A rostosodási állandót minden egyes lépés után a 4. tesztvizsgálati eljárás segítségével meghatározzuk.

Az 1. mintát 20 g/l TAHT-, 10 g/l Na_3PO_4 -t és 25 g/l Na_2SO_4 -tartalmú oldattal telítjük, majd 6 percen át 70 °C hőmérsékletre melegítjük.

A 2. mintát 30 g/l TAHT-, 100 g/l karbamid- és 10 g/l Na_2CO_3 -tartalmú oldattal telítjük, majd 20 percen át 100 °C hőmérsékleten gőzöljük.

A 3. mintát először 2 g/l Na_2CO_3 -tartalmú oldattal 70 °C hőmérsékleten telítjük, majd ezután 20 g/l TAHT-, 8 g/l Na_2CO_3 - és 25 g/l Na_2SO_4 -tartalmú oldattal telítjük 70 °C hőmérsékleten.

Az alábbi átlagos rostosodási indexértékeket nyerjük. A párhuzamosan végzett kísérletek számát minden egyes esetben zárójelben adjuk meg.

	Mosás/öblítés után	Fehérités után	Festés után
1. minta	0,1 (2)	0,5 (3)	0,2 (3)
2. minta	0,5 (3)	1,7 (3)	2,2 (3)
3. minta	2,4 (3)	2,4 (3)	2,6 (3)

Ugyan az 1. minta esetében jó eredményeket nyerünk, a melegítéshez szükséges idő a folytonos oldószerben fonott szálak gyártása esetében elfogadhatatlanul hosszú.

1. példa

123 g (2 standard fonat, 20 tex gyűrűvel fonott szál, 1,7 dtex szálból) oldószerben fonott cellulózszálból készült, szövött textilt telítünk 20 g/l TAHT-, 10 g/l Na_2CO_3 - és 25 g/l Na_2SO_4 -tartalmú vizes oldattal, majd 15 percen át 70 °C hőmérsékletre melegítjük (1. minta). Kontrollmintát hasonló módon kezelünk, azzal az eltéréssel, hogy a TAHT-alkalmazást elhagyjuk. Egy másik szövött anyag mintát 20 g/l TAHT- és 20 g/l NaOH-tartalmú vizes oldattal telítünk, majd 40 °C hőmérsékleten 30 percen át melegítjük (2. minta). Ezután a textilmintákat az alábbi körülmények között festjük. A mintát Procion Navy H4R- (a szál tömegére vonatkoztatva 4 tömeg%) tartalmú oldatba merítjük (monoklór-triazin reaktív festék, az ICI plc terméke) (Procion márkánév). Az oldat ezen túlmenően 3 g/l Matexil PAL-t (enyhe oxidálószer nitro-benzolszulfonsav, amely az ICI plc terméke) (Matexil márkánév) és Depsolube ACA-t (1 g/l) (alkáliakkal szemben stabil kenőanyag, amely sugaras festés céljára az ICI plc ter-

méke) (Depsolube márkánév) tartalmaz. A bemeztést 25 °C hőmérsékleten végezzük, majd a hőmérsékletet 80 °C értékre emeljük, miközben 3 részletben elegendő nátrium-kloridot adagolunk az oldathoz úgy, hogy végső koncentrációja 70 g/l érték legyen. A hőmérsékletet 20 percen át a fenti értéken tartjuk, majd az oldathoz 10 perc időtartam alatt annyi Na_2CO_3 anyagot adagolunk, hogy végső koncentrációja 20 g/l érték legyen. Ezt követően a hőmérsékletet a fenti értéken fenntartjuk további 60 percen át. Ezután a szövött anyagot öblítjük, majd lemossuk egy szappanoldatban (2 g/l) úgy, hogy a mosást 20 percen át forralás közben végezzük. A festett és szárított szövetet ezután mossuk, majd forgatva szárítjuk 5 alkalommal és meghatározzuk rostosodási index értékét. Az alábbi eredményeket nyerjük (két kísérlet átlaga):

kontroll	3,7
1. minta	0,8
2. minta	1,8

A fenti eljárás szerint 193 g, kettő csöves fonat 20 tex rotorral fonott szál, 1,7 dtex szálból, alkalmazásával oldószerben fonott cellulózszálat hasonló módon kezelünk és színezzük, mint a fentiekben. Ezután meghatározzuk a rostosodási index értékét kettő és négy mosás, valamint forgató szárítási ciklust követően. Az alábbi eredményeket tapasztaljuk:

	2. ciklus	4. ciklus
kontroll	3,6	4,8
1. minta	0,0	0,1
2. minta	1,3	2,6

2. példa

Egy szövött, oldószerben fonott cellulózszálból készült textilt alkalmazunk az 1. példa szerinti vizsgálatnak megfelelően. A szövetet teljes szélességben 2 g/l Detergyl-, 2 g/l alkalikus anyag-, 20 g/l TAHT- és 25 g/l Na_2SO_4 -tartalmú oldatban mosva öblítjük, illetve az oldatban 1 órán át 95 °C hőmérsékletre melegítjük. Ezután a mosott és szárított szál nitrogéntartalmát Kjeldahl-eljárással mérjük. Az eredményt TAHT-tartalom értékben tömegarányban fejezzük ki a szál mennyiségére vonatkoztatva. Ugyanígyen szőtt anyagmintát alkalmazunk, amelyet hasonló módon kezelünk kivéve, hogy a TAHT-alkalmazást elhagyjuk kontrollmintaként. A szövött anyagmintákat ezután direkt festékekkel, Solophenyl Red 3BL segítségével festjük (a festék a Ciba-Geigy AG terméke, a Solophenyl márkánév). A festést szalag formában orsón végezzük. A festést az alábbiak szerint hajtjuk végre. A szálakat a szálak tömegére vonatkoztatott 4 tömeg% mennyiségű festéket tartalmazó fürdőbe merítjük 50 °C hőmérsékleten, majd a hőmérsékletet 30 perc alatt 100 °C értékre emeljük és 15 percen át ezen az értéken tartjuk. Azután az elegyhez annyi Na_2SO_4 anyagot adagolunk, hogy koncentrációja 20 g/l érték legyen. A beadagolás után a hőmérsékletet további 45 percen át ugyanezen az értéken tartjuk, majd a szövött anyagot mossuk és szárítjuk. A szövött anyag mintáit ezután ismételtelen mossuk, majd forgatva szárítjuk. Meghatározzuk a rostosodási indexet minden egyes ciklus végén és az alábbi eredményeket tapasztaljuk.

	Alkalikus anyag	TAHT tömeg%	Mosási és forgatva szárítási ciklusok száma					
			0	1	2	3	4	5
Kontroll	–	–	3,3	3,9	5,4	4,9	5,6	6,5
1. minta	Na ₂ CO ₃	2,88	0,2	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
2. minta	Na ₂ CO ₃	2,40	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,2
3. minta	NaOH	5,28	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

A 3. minta halványabb színre festődik, mint az egyéb minták. Ez annak következménye valószínűleg, hogy a minták TAHT anyaggal túltelítettek.

3. példa

Az 1. példában alkalmazott, oldószerben fonott szálas cellulózzsálból készült szövött anyagot alkalmazunk. Az anyagot teljes szélességben mossuk 2 g/l Detergyl- és 2 g/l Na₂CO₃-tartalmú oldatban 1 órán át 95 °C hőmérsékleten. Ezután a textilt kezeléssorozatnak vetjük alá egy csörlős festőberendezésben, fonal formában. Az első kezelést 20 g/l TAHT-, 2 g/l Na₂CO₃- és 30 g/l Na₂SO₄-tartalmú oldattal végezzük 10 percen át 20 °C hőmérsékleten. Ezután a szál tömegére vonatkoztatva 4 tömeg% mennyiségű Drimarene Orange K3R festéket adagolunk az elegyhez (diklórfuor-pirimidin reaktív festék, Sandoz AG terméke) (Drimarene márkanév). 10 perc elteltével a fürdő hőmérsékletét 30 perc alatt 50 °C értékre emeljük, majd további 20 percen át 50 °C hőmérséklet értéken tartjuk. Ezt követően az elegyhez 18 g/l mennyiségű Na₂CO₃ anyagot adagolunk és a kezelést 50 °C hőmérsékleten további 60 percen át folytatjuk. Ezután a textilt mossuk, majd szárítjuk. Kontrollmintát ugyanilyen módon kezelünk, azzal az eltéréssel, hogy TAHT anyagot nem alkalmazunk. Ezután a textilmintákat ismételt mos-suk, majd forgatva szárítási ciklusokba visszük. Az alábbi rostosodási indexértékeket mérjük:

	Mosási és forgatva szárítási ciklusok száma					
	0	1	2	3	4	5
Kontroll	1,5	3,7	3,5	3,7	4,8	5,0
Minta	3,1	1,2	0,5	0,4	0,6	0,4

4. példa

Az 1. példában alkalmazott, oldószerben fonott cellulózzsálból készült szövötmintákat alkalmazunk és ezeket 20 g/l TAHT-, 2 g/l Detergyl-, 2g Na₂CO₃- és 20 g/l Na₂SO₄-tartalmú oldatban mossuk 1 órán át 95 °C hőmérsékleten. A kontrollmintákat hasonló módon mossuk, azzal az eltéréssel, hogy a TAHT alkalmazását elhagyjuk. A festést vagy festőkádban, nyitott formában, vagy fonal formában, csörlőn hajtjuk végre. Ezután a mintákat fonal formában festjük csörlőn az alábbi eljárás szerint. A szövött mintákat az alábbi fürdővel kezeljük. A textil tömegére számított 4 tömeg% mennyiségű Procion Green H4G (monofunkciós reaktív festék, amely az ICI plc terméke), 1 g/l Depsolube ACA (alkáliakkal szemben stabil kenőanyag, amely sugaras festéshez az ICI plc terméke) (Depsolube márkanév) és 3 g/l Matexil PAL- (enyhe oxidálószer – nitro-benzolszulfonsav, amely a festékredukálás megakadályozására textiliparban segédanyagként alkalmazott) (Matexil márkanév, ICI plc terméke) tartalmú. A szövötmintát a fürdőn 10 percen át 20 °C hőmérsékleten vezetjük keresztül, majd a hőmérsékletet 80 °C értékre emeljük, miközben adagokban 70 g/l értékig NaCl anyagot adagolunk az oldathoz. A hőmérsékletet 20 percen 80 °C hőmérsékleten tartjuk, majd 10 perc időtartam alatt 20 g/l mennyiségben Na₂CO₃ anyagot adagolunk az elegyhez. Ezután a hőmérsékletet 60 percen át 80 °C értéken tartjuk, majd a szövötmintát öblítjük és lemossuk egy olyan oldattal, amely 2 g/l Sandopur SR- (mosószer, Sandoz AG terméke) (Sandopur márkanév) tartalmú, a mosást 20 percen át 95 °C hőmérsékleten hajtjuk végre. Ezt követően a szövött anyagot ismételt mosásnak, illetve forgató szárításnak vetjük alá és az alábbi rostosodási indexértékeket mérjük.

Szövet	Mosás	TAHT	Mosás és forgatva szárítás ciklusok száma					
			0	1	2	3	4	5
Szövött	festőkád	nem	2,7	2,1	3,6	4,3	5,3	4,8
Szövött	festőkád	igen	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Szövött	csörlő	nem	1,5	3,0	3,1	3,8	4,6	5,3
Szövött	csörlő	igen	0,4	0,0	0,0	0,0	0,0	2,5
Fonott	csörlő	nem	1,4	3,9	4,2	4,9	4,2	5,1
Fonott	csörlő	igen	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

(Feltehetően a szövött textil esetében nyert eredmények a csörlőmosás alkalmazásával, amikor TAHT anyagot alkalmaztunk 5 mosási és forgatva szárítási ciklus után, anomáliának tekinthetők.)

5. példa

Egyszeres dzsörzefonalból fonott szövetet kezelünk, ahol a szálak oldószerben fonott cellulózsálak. A szálakat sugaras festőberendezésben kezeljük. Ez a kezelés a legnagyobb roncsolási befolyást gyakorolja a feldolgozás körülményei között a megfelelő textilszálakra. A szövetet először 20 g/l TAHT-, 25 g/l Na_2SO_4 -, 1 g/l Depsolube ACA-, 2 g/l Na_2CO_3 - és 2 g/l Sandopur SR-tartalmú fürdővel kezeljük 10 percen át 50 °C hőmérsékleten. Ezután a hőmérsékletet 95 °C értékre emeljük, majd 60 percen át ezen az értéken tartjuk. A szövetet ezután forró vízzel öblítjük. A szövetet ezt követően 70 g/l Na_2SO_4 - és 3 g/l Tebolan UF-tartalmú oldattal kezeljük (ez utóbbi nemionos kenőanyag, amely a Dr. Th Böhme KG, Germany terméke) (Tebolan márkanév). A kezelést 15 percen át 25 °C hőmérsékleten végezzük, majd ezt követően a szövött anyag tömegére vonatkoztatva 4% mennyiségű Procion Red HE-7B festéket adagolunk az elegyhez (biszmonoklór-triazin reaktív festék, ICI plc terméke). A festék beadagolását 10 perc időtartam alatt hajtjuk végre. Ezután a hőmérsékletet 80 °C értékre emeljük, majd 20 percen át ezen az értéken tartjuk. Az elegyhez 2 g/l Na_2CO_3 anyagot adagolunk 10 perc időtartam alatt, majd a szövetet a berendezésben 1 órán át kezeljük. Ezután a szövetet leöblítjük, majd lemossuk. A szövet nitrogéntartalmának meghatározása alapján ez 5,16 tömeg% TAHT-tartalmú (a meghatározást Kjeldahl-eljárással végezzük). A festéksugárnak kitett szövetoldal rostosodási indexértéke 0,2, ez az érték változatlan marad 35 mosási és forgatásos szárítási ciklus után is. A legsúlyosabb kezelést a festéksugárnak kitett textiloldallal viseli el és általában a ruhákat úgy készítik, hogy ez az oldat a belső oldalra kerül.

6. példa

Szövött, oldószerben fonott cellulózszálból készült textilt alkalmazunk a kísérletben (115 g⁻², 20 tex gyűrűs fonás szál standard szövete, 1,7 dtex szálból). A szövetet 20 g/l TAHT-, 2 g/l Detergyl-, 2 g/l Na_2CO_3 - és 25 g/l Na_2SO_4 -tartalmú oldatban mossuk 95 °C hőmérsékleten 1 óra időtartamon át. Kontrollmintát alkalmazunk, azzal az eltéréssel, hogy a mosófolyadékban TAHT anyagot nem használunk. Ezután a szövetmintákat a szövet tömegére számított 4 tömeg% mennyiségű Procion Brown H3R festék segítségével festjük (monoklór-triazin reaktív festék, az ICI plc terméke) (Procion márkanév). A mosást az alábbi módon végezzük. A szövetet, a festéket, 3 g/l Matexil PAL anyagot és 1 g/l Depsolube ACE anyagot tartalmazó oldatban mossuk 25 °C hőmérsékleten. A hőmérsékletet ezután 80 °C értékre emeljük, miközben 3 részletben az oldathoz annyi NaCl anyagot adagolunk, hogy ennek koncentrációja 70 g/l értéket érjen el. Ezután a hőmérsékletet 20 percen át 80 °C értéken tartjuk, majd 10 perc idő-

tartam alatt annyi Na_2CO_3 anyagot adagolunk az elegyhez, hogy koncentrációja 22 g/l értéket érjen el. A festést további 60 percen át folytatjuk és eközben a festőfürdőből, illetve a festett szövetből mintákat veszünk és ezeket analizáljuk. Mindkét szövet esetében a festék teljes mennyiségét Q-értékkel értékeljük. A kontrollal szemben a kezelt textil Q=100,2% (standard=100%).

Idő (perc)	Standard		Kezelt	
	Fürdőben található festék	Szálon található festék	Fürdőben található festék	Szálon található festék
0	100	—	100	—
15	15,4	87,3	22,7	84,8
30	12,6	92,7	16,8	95,7
45	11,1	95,8	13,9	95,3
60	13,0	100	10,1	100

A fürdőben található festék oszlopában található értékek a fürdőben kezdetben jelen levő festék mennyiség%-ában megadottak. A szálon található festék oszlopában található számok a Q-érték% kifejezése, amely az önkényes 60 perc időtartam után kialakul.

Az eredményekből kitűnik, hogy a textil megfelelő sebességgel festődik.

7. példa

Oldószerben fonott cellulózszálból szövött anyagot készítünk, majd ezt 20 g/l TAHT-, 2 g/l Detergyl-, 2 g/l Na_2CO_3 -, 25 g/l Na_2SO_4 -tartalmú oldattal mossuk 95 °C hőmérsékleten 1 óra időtartamon át. Kontrollmintát készítünk, amelyet ugyanilyen módon mosunk, kivéve, hogy TAHT anyagot nem alkalmazunk. Ezután a kezelt és kontrollmintákat vagy direkt, vagy reaktív festékkel festjük. A festést követően a festéket a szövetről eltávolítjuk kezelés segítségével, majd a mintát ugyanazzal a festékkel újrafestjük. Végül a mintát számos mosási és forgatva szárítási ciklusnak vetjük alá. Minden műveleti állapotban meghatározzuk a rostosodási index értékét.

A textil festésére az alábbi eljárásokat alkalmazzuk. Közvetlen festék, semleges fürdő eljárás

A szövött anyagot Sirius Super Violet F2BLL (a textil tömegére vonatkoztatott 4 tömeg%) (Bayer AG terméke) (Sirius márkanév) festéket és 18 g/l Na_2SO_4 anyagot tartalmazó oldatba merítjük szobahőmérsékleten. Ezután a hőmérsékletet 45 perc időtartam alatt 97 °C értékre emeljük, majd 1 órán át ezen az értéken tartjuk, végül a textilt öblítjük és szárítjuk.

Reaktív festék, standard eljárás

A textilt Procion Red MX-8B (a textil tömegére számított 4 tömeg%) (ICI plc terméke) (Procion márkanév) festéket tartalmazó oldatba merítjük 40 °C hőmérsékleten. A hőmérsékletet 10 perc időtartamon át ezen az értéken tartjuk, majd 60 g/l koncentrációhoz elegendő NaCl anyagot adagolunk az oldathoz. A hőmérsékletet 30 percen át a fenti értéken tartjuk, majd 5 g/l koncentráció eléréséhez szükséges Na_2CO_3 anyagot adago-

lunk az elegyhez. A hőmérsékletet ezt követően 30 per-
cen át a fenti értéken tartjuk, majd a textilt öblítjük,
majd lemossuk, amely mosás során szappandarabokat
(2 g/l) alkalmazunk. A mosást 100 °C hőmérsékleten
15 percen át végezzük. Végül a mintát megszáritjuk. 5

Az alábbi három eljárást alkalmazzuk arra, hogy a
szövetről a festéket eltávolítsuk. Valamennyi esetben a
textilmintát öblítjük, majd szárítjuk a festéklemosási lé-
pés után:

A eljárás: A szövetet 6 g/l Na_2CO_3 - és 6 g/l ná- 10
trium-hidroszulfít-tartalmú oldattal kezel-

jük 100 °C hőmérsékleten 1 óra időtarta-
mon át.

B eljárás: A szövetet 10 g/l nátrium-hipoklorit ol-
dattal kezeljük hidegen 20 perc időtarta-
mon át megfelelő mennyiségű nátrium-
biszulfít vagy nátrium-tioszulfát (2,5 g/l)
adagolásával, hogy a maradék hipoklori-
tot lebontsuk.

C eljárás: A eljárás, majd ezt követően a B eljárás.
A rostosodási index vonatkozásában nyert eredmé-
nyeket az alábbi táblázatokban adjuk meg.

Direkt festék

	Mosott	Száritott	Eljárás	Festék eltávolított	Újrafestett	1 W/T	5 W/T
Kontroll	2,2	1,8	A	1,0	2,4	7,2	9,2
			B	2,8	3,8	6,0	8,8
			C	1,6	3,2	6,2	8,8
Kezelt	1,2	0,6	A	2,2	0,4	0,4	0,6
			B	2,2	1,8	0,2	0,4
			C	2,4	0,4	0,4	0,4

Reaktív festék

	Mosott	Száritott	Eljárás	Festék eltávolított	Újrafestett	1 W/T	5 W/T
Kontroll	2,2	2,0	A	2,0	1,6	2,8	7,6
			B	1,0	2,6	3,0	7,0
			C	0,4	0,8	2,8	8,2
Kezelt	1,2	0,4	A	0,4	0,8	0,4	0,2
			B	0,2	1,6	0,6	0,2
			C	0,8	0,4	0,2	0,2

Az eredményekből kitűnik, hogy az újrafestett textil
rendkívül csökkentett tendenciát mutat rostosodásra a
kontrollal összehasonlítva, ez az eredmény valamennyi
esetben kitűnik.

8. példa

Az 1. példa szerinti oldószerben fonott cellulózsál-
ból készült szövött anyagot alkalmazunk és ezeket mos-
suk különféle pH-értékek alkalmazásával, a mosásra
10 g/l TAHT-, 2 g/l Detergyl FS955-, 5 g/l Na_2SO_4 - és al-
kalikusanyag-tartalmú mosófolyadékot használunk és a
mosási folyamatot 1 órán át 95 °C hőmérsékleten vége-
zzük. Kontrollmintát alkalmazunk, amely mosását 2 g/l
Detergyl- és 2 g/l Na_2CO_3 -tartalmú mosófolyadékkal
1 órán át 95 °C hőmérsékleten hajtjuk végre. A folyadék
és textil tömegarány 10:1 érték. A mintákat ezután Pro-
cion Red HE-7B festékoldattal kezeljük (a szál tömegé-
re számítva 4 tömeg%) (ICI plc terméke), az oldat továb-
bi 3 g/l Matexil PAL- és 1 g/l Depsolube ACA-tartalmú,
a festést 25 °C hőmérsékleten végezzük, majd a hőmér-
sékletet 30 perc időtartam alatt 80 °C értékre melegítjük, 60

és ekkor annyi NaCl anyagot adagolunk a festőoldathoz,
hogy annak koncentrációja 70 g/l legyen, a hőmérsékle-
tet további 20 percen át a fenti értéken tartjuk, majd
annyi Na_2CO_3 anyagot adagolunk a festőoldathoz, hogy
ennek koncentrációja 20 g/l legyen. Ezt követően a hő-
mérsékletet 60 percen át a fenti értéken tartjuk, majd a
szövött anyagot öblítjük, lemossuk, a lemosáshoz 20 per-
cen át 95 °C hőmérsékleten 2 g/l Sandopur SR-oldatot al-
kalmazunk. A folyadék és a szövött anyag tömegaránya
70:1. Ezután a szövött anyagot megszáritjuk, majd 5 mo-
sás és forgatva szárítás ciklusnak vetjük alá. A minták
rostosodási indexét meghatározzuk és a minták TAHT-
tartalmát is mérjük a szálak nitrogéntartalmának mérésé-
vel, amelyet Kjeldahl-analizissel végzünk. Az alábbi
eredményeket tapasztaljuk:

Alkalikus kezelés	pH	TAHT tömeg%	F. I.
—	—	—	7,2
NaHCO_3 (3 g/l)	8,3	0,14	6,2

Táblázat (folytatás)

Alkalikus kezelés	pH	TAHT tömeg%	F. I.
NaHCO ₃ (10 g/l)	8,45	0,17	6,3
NaHCO ₃ (10 g/l)+ +Na ₂ CO ₃ (1,02 g/l)	9,0	0,39	5,5
Na ₂ CO ₃ (0,5 g/l)	10,25	0,92	1,2
Na ₂ CO ₃ (2 g/l)	10,77	2,23	0,1
Na ₂ CO ₃ (10 g/l)	11,19	2,87	0,1
Na ₃ PO ₄ (1 g/l)	11,53	1,85	0,3
Na ₃ PO ₄ (10 g/l)	12,03	2,74	1,9
NaOH (3 g/l)	12,53	1,70	0,8

Az eredményekből kitűnik, hogy a TAHT-fixálás magasabb és a rostosodás tendenciája alacsonyabb,

TAHT g/l	Fonott szövet		Szövött szövet	
	rostosodási index festés előtt	rostosodási index festés után, W/T	rostosodási index festés előtt	rostosodási index festés után, W/T
–	2,2	3,4	3,0	3,0
1	1,4	2,0	1,8	2,2
2	1,0	1,2	1,4	1,8
5	1,0	1,0	0,2	0,6

Az eredményekből kitűnik, hogy a rostosodási tendencia jelentősen csökken még a TAHT legkisebb koncentrációja alkalmazása esetében is.

10. példa

Az 1. példa szerinti fonott, oldószerben fonott cellulózsálból készül szövetet alkalmazunk mosási kísérletben. A mosást 95 °C hőmérsékleten 1 óra időtartamon át végezzük és 20 g/l TAHT, 2 g/l Detergyl, 2 g/l Na₂CO₃, valamint 25 g/l Na₂SO₄ mosófolyadékot alkalmazunk. Kontrollmintát készítünk, amelynek mosását azonos mosófolyadékkal végezzük, azzal az eltéréssel, hogy a mosófolyadékból a TAHT anyagot elhagyjuk. A szövött anyagmintákat ezután fehéritjük úgy, hogy ezeket hidrogén-peroxid (15 ml, 35 tömeg%-os oldat literenként), Prestogén PC (1 g/l) (fehéritőstabilizáló anyag a BASF AG terméke) (Prestogén márkanév), Trilon C (0,5 g/l) (Trilon márkanév, BASF AG terméke) és NaOH (1 g/l) tartalmú mosófolyadékot alkalmazunk. A mosást 50 °C hőmérsékleten végezzük, majd a hőmérsékletet 85 °C értékre emeljük és 60 percen át ezen az értéken tartjuk. Ezt követően a mintákat öblítjük. A mintákat ezután Procion Brown H3R festékkel festjük a 6. példa szerinti eljárásnak megfelelően. Az alábbi különféle számú mosási és forgatva szárítási ciklus után az alábbi rostosodási indexértékeket mérjük.

amennyiben a mosási fürdő pH-értéke nagyobb, mint 10, a legjobb rostosodási indexértéke, 10,5–11 közötti pH-érték mellett nyerjük.

5 9. példa

Az 1. példa szerinti szövött vagy fonott, oldatban fonott cellulózsövetet alkalmazunk és ezt csörlőn különféle mennyiségű TAHT-tartalmú, 2 g/l Detergylt, 20 g/l Na₂CO₃-at, 5 g/l Na₂SO₄-et tartalmazó mosófolyadékkal mossuk, kezeljük 95 °C hőmérsékleten 1 óra időtartamon át. Kontrollmintát készítünk, amelynek mosását 2 g/l Detergylt és 2 g/l Na₂CO₃-at tartalmazó oldattal végezzük 1 óra időtartamon át 95 °C hőmérsékleten. A folyadék és a szövet tömegaránya 15:1 érték volt. A mintákat ezután Procion Red HE-7B festékkel festjük a 8. példa eljárása szerint és végül egyetlen mosási és forgatva szárítási ciklusnak vetjük alá. Az alábbi rostosodási indexértékeket mérjük.

	Mosás/forgatva szárítás ciklus					
	0	1	2	3	4	5
Kontroll	4,5	4,5	4,7	5,1	6,5	4,9
Kezelt	0,5	0,0	0,0	0,3	0,4	0,0

Az eredményekből kitűnik, hogy a rostosodás tendenciája TAHT-kezelés esetében nem szűnik meg a fehéritési kezelés következtében.

45 11. példa

Az 1. példa szerinti oldószerben fonott cellulózsálból készült szövetet festőgépbe helyezünk, amely olyan fürdőt tartalmaz, amely fürdő vizes oldat 50 °C hőmérsékletű és anionos vagy nemionos kenőanyagot tartalmaz. A szövetet áthúzzuk a fürdőn, hogy nedvesítsük, majd a fürdőhöz 4 g/l TAHT anyagot adagolunk, ezt követően 10 g/l Na₂CO₃ és 5 g/l Na₂SO₄ adagolását végezzük úgy, hogy a pH-érték 10,5–11,5 közötti legyen. A fürdő hőmérsékletét 95 °C értékre emeljük, miközben a szövetet továbbra is áthúzzuk a fürdőn. A fürdőt ezután 1 órán át ezen a hőmérsékleten tartjuk. Ez a kezelési körülmény a vizsgálatok alapján igen jó fixálást eredményez és rostosodás elleni ellenállást hoz magával. A TAHT célzott fixációs koncentrációja nagyobb, mint 1%, előnyösen 1,2–1,5% a szövet tömegére szá-

mítva. Ezután a szövetet lemossuk és szárítjuk, és így egy alacsony rostosodási tendenciával rendelkező szövetet nyerünk.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás csökkentett rostosodási tendenciával rendelkező, oldószerben fonott cellulózsál előállítására, amelynek során az oldószerben fonott cellulózszálat két vagy több, cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportot tartalmazó kémiai reagenssel kezeljük, *azzal jellemezve*, hogy a kezelésnek alávetett szál előzetesen szárított, és az alkalmazott kémiai reagens cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportként legalább két csoportot tartalmaz, amely csoportok elektrofil szén-szén kettős kötés vagy ezek prekursorai köréből és elektrofil háromtagú heterociklusos gyűrű és ezek prekursorai köréből származnak.

2. Eljárás csökkentett rostosodási tendenciát mutató oldószerben fonott cellulózsál előállítására, amelynek során az oldószerben fonott cellulózszálat két vagy több, cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportot tartalmazó kémiai reagenssel kezeljük, *azzal jellemezve*, hogy a kezelésre választott szál előzetesen szárított, továbbá az alkalmazott kémiai reagens a cellulózzal legalább két alifás étercsoport képzésével reagál.

3. Az 1. vagy 2. igénypont bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy olyan kémiai reagenst alkalmazunk, amely cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportként legalább egy akril-amino-csoportot vagy akril-észter-csoportot tartalmaz.

4. Az 1. vagy 2. igénypont bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy olyan kémiai reagenst alkalmazunk, amely cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportként legalább egy vinilsulfoncsoportot tartalmaz.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy olyan kémiai reagenst alkalmazunk, amely cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportként 2–6 funkciós csoportot tartalmaz.

6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy kémiai reagenst alkalmazunk, amely legalább egy gyűrűt tartalmaz, továbbá ehhez

kapcsolódva legalább három, cellulózzal szemben reaktív funkciós csoportot tartalmaz.

7. A 6. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy kémiai reagensként triakrilolil-hexahidro-triazint alkalmazunk.

8. Az 1–7. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a szál kezelését a kémiai reagens vizes oldatában végezzük.

9. A 8. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy enyhén alkalikus vizes oldatot alkalmazunk.

10. Az 1–9. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a szál kezelését úgy végezzük, hogy a kémiai reagens tömegére számítva a reakció a szál 0,2–5 tömeg%-ában történjen meg, amely %-ot a szál tömegére számítunk.

11. A 10. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a szálat úgy kezeljük, hogy a kémiai reagens tömegére számítva a szál 0,5–3 tömeg%-ban reagáljon a szál tömegére számítva.

12. Az 1–11. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kezelésnek alávetett szálként egy szövött szálat alkalmazunk.

13. Az 1–11. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kezelésnek alávetett szálként fonott szálat alkalmazunk.

14. A 13. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a fonott szálat, illetve szövetet a kémiai reagenssel fonal formában kezeljük.

15. Az 1–14. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kémiai reagenssel kezelt szálat ezt követően festjük.

16. Az 1–15. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy kémiai reagenst alkalmazunk, amely lényegében színtelen.

17. Az 1–16. igénypontok szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kezelést úgy végezzük, hogy a kezelt szál a kémiai reagenssel történő kezelés előtt és után lényegében azonos színű.

18. Az 1–17. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a kezelt szálat úgy állítjuk elő, hogy cellulóz valamely tercier-amid-N-oxidban készült oldatából vizes oldatba történő extrudálással állítjuk elő, majd mossuk és szárítjuk.