

(11) *Número de Publicação:* **PT 758928 E**

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)

B05D001/18 A B05D003/02 B
B32B003/02 B B32B033/00 B
D06M015/263 B D06M015/277 B

(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO

(22) <i>Data de depósito:</i> 1996.02.09 (30) <i>Prioridade:</i> 1995.02.13 US 388033 (43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1997.02.26 (45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 2001.07.11	(73) <i>Titular(es):</i> SHAW INDUSTRIES, INC. 616 EAST WALNUT AVENUE, P.O. DRAWER 2128 DALTON, GA 30722-2128 US (72) <i>Inventor(es):</i> DENNIS J. JONES US (74) <i>Mandatário(s):</i> ANTÓNIO JOÃO COIMBRA DA CUNHA FERREIRA RUA DAS FLORES 74 4/AND. 1294 LISBOA PT
--	---

(54) *Epígrafe:* PROCESSO DE TRATAMENTO DE FIO PARA ALCATIFA E ALCATIFA

(57) *Resumo:*

PROCESSO DE TRATAMENTO DE FIO PARA ALCATIFA E ALCATIFA





DESCRIÇÃO

“Processo de tratamento de fio para alcatifa e alcatifa”

Antecedentes do invento

O presente invento refere-se ao campo do fabrico de alcatifa e refere-se, mais particularmente, ao tratamento de alcatifa ou de fio para alcatifa, a fim de melhorar a repelência e preferivelmente para melhorar também a sua resistência às nódoas.

Nas últimas duas décadas tem havido um considerável interesse em desenvolver tratamentos de fibras para alcatifa, particularmente de fibras de “nylon” para alcatifa, de modo a melhorar a repelência e a resistência às nódoas. Actualmente, por exemplo, é prática comum aplicar topicamente um composto da classe conhecida por produtos químicos fluorados. O objecto da aplicação destes produtos químicos fluorados é reduzir a tendência para sujidade, óleo e/ou água aderirem às fibras para alcatifa. Além da sujidade, os produtos químicos fluorados também podem diminuir a tendência do óleo e/ou da água para aderirem às fibras para alcatifas. É também prática comum aplicar um composto resistente às nódoas às alcatifas de “nylon” para tornar as fibras de “nylon” para alcatifa resistentes ao manchamento, particularmente, por corantes aniónicos ou “ácidos”. Crê-se que o mecanismo dos compostos resistentes às nódoas envolve o bloqueamento dos pontos de ligação do corante ao polímero de “nylon”.

Os produtos químicos fluorados incluem um componente fluorado, tipicamente uma cadeia de perfluoralquilo e um esqueleto não fluorado. O esqueleto não fluorado pode assumir várias configurações. A característica importante do esqueleto é que este seja capaz de formar uma película duradoura sobre a superfície da fibra para alcatifa.

Quanto ao mecanismo da repelência da sujidade, crê-se que a atracção entre a sujidade não polar e a superfície da fibra é governada pelas forças de dispersão de London. Julga-se portanto que a aplicação de produtos químicos fluorados à superfície seja eficaz, porque a capacidade de polarização das cadeias perfluoralquílicas é inferior à dos hidrocarbonetos, aminas ou carbonilos de outro modo encontrados na superfície de uma fibra de “nylon” para alcatifa.

Geralmente, os derivados de flúor são aplicados topicamente à alcatifa. Um método consiste em fazer uma dispersão aquosa do produto químico fluorado e depois pulverizar



essa dispersão sobre a face superior da alcatifa. Outro método consiste em fazer uma espuma de base aquosa que contém o produto químico fluorado e depois aplicar a espuma à face superior da alcatifa. Geralmente aplica-se calor para eliminar o excesso de água e fixar o produto químico fluorado nas fibras para alcatifa.

Tipicamente, os compostos resistentes às nódoas são aplicados à alcatifa a partir de um banho antes do passo de tintura mas depois da secagem. Está disponível comercialmente pelo menos um sistema em que um produto químico fluorado e um composto resistente às nódoas, a composição do produto químico fluorado FX-1367F e a composição resistente às nódoas FX-668F, ambos da 3M. Specialty Chemicals Division, são recomendados para serem co-aplicados topicamente numa espuma. O pH da espuma combinada é de cerca de 4.

Em US 5084306 refere-se um processo para revestir alcatifas com emulsões de produto químico fluorados. O processo inclui tratar o tecido com uma emulsão de derivado fluorado e depois aquecer, enxaguar e, finalmente, secar o tecido tratado. O processo é caracterizado pelo facto de que a emulsão tem um pH e uma concentração de sal de metal divalente solúvel em água suficientes para se efectuar a transferência do produto químico fluorado da emulsão para a alcatifa durante o passo de aquecimento. O pH da emulsão vai preferivelmente de 2 a 7.

Em US 4822373 refere-se um substrato tratado de poliamida fibrosa que tem resistência ao manchamento por corantes ácidos. O substrato tratado consiste num substrato de poliamida fibrosa ao qual foram aplicados (a) uma resina "novolak" parcialmente sulfonada e (b) ácido polimetacrílico, copolímeros de ácido metacrílico ou combinações do referido ácido polimetacrílico e dos referidos copolímeros de ácido metacrílico.

Em US 5073442 refere-se um método para melhorar as características de resistência à sujidade e/ou às nódoas dos tecidos de poliamida e de lã. Uma diversidade de combinações de resina sulfonada, compostos fenólicos sulfonados, compostos de fenólicos sulfonados e aldeídos sulfonados, produtos químicos fluorados, emulsões de cera modificadas, acrílicos e ácido orgânico de baixo peso molecular proporciona propriedades melhoras de libertação da sujidade e propriedades anti-nódoas.

Sumário do invento

De acordo com um aspecto, o invento é um método de tratamento de fio para alcatifa a fim de melhorar a sua repelência, que inclui proporcionar um fio para alcatifa feita de



fibras poliméricas e proporcionar num meio aquoso com um pH inferior cerca de 3,5, um composto de repelência que compreende um produto químico fluorado aniónico ou não iónico. O fio para alcatifa é posto em contacto com este meio aquoso. Preferivelmente, o fio para alcatifa e o meio aquoso são aquecidos, após o que o excesso de água é retirado da alcatifa.

De acordo com outro aspecto do invento, o meio aquoso compreende ainda um composto de ligação de polímero aniónico tal como um polímero de ácido metacrílico.

De acordo ainda com outro aspecto, o invento é uma composição para tratar alcatifas a fim de melhorar a sua repelência e resistência às nódoas, que inclui um meio aquoso, um composto de repelência que compreende um produto químico fluorado e um composto resistente às nódoas de polímero aniónico.

Uma vantagem da concretização preferida do presente invento é que proporciona um método mais eficaz de aplicar produto químico fluorado e composto resistente às nódoas. Em particular, como o produto químico fluorado e o composto resistente às nódoas são ambos aplicados num único banho, o processamento, a energia e os custos de equipamento são muito diminuídos.

Outra vantagem da concretização preferida do invento é que, como abaixo se mostra, conseguem-se resultados de repelência superiores através da aplicação simultânea. Julga-se que um motivo deste aperfeiçoamento é o facto de que o presente invento proporciona uma penetração do produto químico fluorado no fio para alcatifas melhor que a conseguida através da aplicação tópica.

Tal como aqui é usado, o termo repelência pretende ter um significado relativamente amplo, referindo-se a uma tendência diminuída da sujidade, óleo e/ou água para aderirem às fibras para alcatifas.

Tal como aqui é usada, a expressão resistência às nódoas também pretende ter um significado relativamente amplo, referindo-se a uma tendência reduzida das fibras para alcatifas para ficarem manchadas por corantes ácidos e/ou corantes dispersos.

Quando são dadas percentagens, excepto quando indicado de outro modo, destinam-se a referir a percentagens em peso dos sólidos em relação ao peso total da dispersão aquosa.



O presente, juntamente com os seus objectos e vantagens, será melhor compreendido com referência à descrição detalhada que segue.

Descrição detalhada das concretizações preferidas

Podem ser tratados vários tipos de fio para alcatifa de acordo com o presente invento. Preferivelmente, o método é usado para tratar alcatifa, nomeadamente fio para alcatifa tufado num material de suporte. Alternativamente, o fio para alcatifa pode ser tratado de acordo com o invento antes de ser tufado em alcatifa.

Tipicamente, o fio para alcatifas pode ser feito com um polímero sintético extrudido como “nylon”, poliéster ou polipropileno. Alternativamente, um fio para alcatifa pode ser feito com fibras naturais como a lã ou o algodão. Preferivelmente, o fio para alcatifa é feito com fibras extrudidas de “nylon 6”, “nylon 6,6”, poliéster e polipropileno. No aspecto do invento em que tanto um repelente como um composto resistente às nódoas são aplicados simultaneamente, muito preferivelmente o fio para alcatifa é feito com “nylon 6” ou “nylon 6.6”. Noutro aspecto do invento, o fio preferivelmente é feito com polipropileno. Verificou-se que o presente invento é particularmente vantajoso para tratar alcatifas de polipropileno pelo facto de proporcionar uma maneira rentável de aumentar a repelência do polipropileno.

As fibras extrudidas podem ser transformadas em fio de várias maneiras. Muito preferivelmente, o fio de “nylon” é um fio volumoso de filamento contínuo que é curado a quente por meios convencionais tais como os métodos Superba ou Suessen. O fio pode ser um fio de fibra torcida. Prefere-se também que o fio não seja pré-tratado com um produto químico fluorado pelo fabricante do fio.

Como acima se disse, prefere-se que o fio para alcatifa tenha sido já tufado por meios convencionais numa estrutura de alcatifa antes de ser tratado pelo presente invento. Nem a forma do ponto nem a densidade parecem ser críticas para a aplicação do invento. De igual modo, se a alcatifa vai receber um tratamento com corante, tal como a aplicação de um corante ácido, prefere-se completar o tratamento com corante antes de tratar o mesmo pelo presente invento.

O invento emprega um meio aquoso que compreende um composto de produto químico fluorado. O composto de produto químico fluorado pode ser um produto químico fluorado aniónico ou não iónico. Também o produto químico fluorado pode ser o tipo telómero ou o produto químico fluorado electroquimicamente fluorado, acima referido.



Vários compostos de produtos químicos fluorados comercialmente disponíveis mostraram ser úteis no processo do presente invento. Os compostos de produtos químicos fluorados apropriados incluem os seguintes: FX-1367F e FX-1355 ambos da 3M, Specialty Chemicals Division, o NRD-372 da DuPont Flooring Systems, o TG-232D da Advanced Polymers, Inc., e o Nuva 3555 da Heochst Celanese. Todas estas composições de produtos químicos fluorados disponíveis comercialmente foram aplicados com sucesso através do método do presente invento. Vulgarmente, o NRD-372 da DuPont é o mais preferido.

O nível de produto químico fluorado no meio será estabelecido de modo a produzir o nível desejado no fio para alcatifa. Preferivelmente, o produto químico fluorado está presente numa percentagem entre cerca de 0,0035 e cerca de 0,175 por cento de sólidos do meio. Mais preferivelmente, o produto químico fluorado está presente numa percentagem entre 0,015 e cerca de 0,80 por cento, ainda mais preferivelmente cerca de 0,02 por cento.

Uma característica importante da dispersão aquosa é ter um pH inferior a cerca de 3,5 quando o fio para alcatifa ou a alcatifa é mergulhada na mesma. Este pH é inferior ao pH das composições convencionais de produtos químicos fluorados aplicadas a alcatifas. Todavia, julga-se que o pH mais baixo ajuda a conduzir o produto químico fluorado da solução para as fibras do fio para alcatifa. Preferivelmente, o pH da dispersão é superior a cerca de 1,0 e inferior a cerca de 3,5, ficando mais preferivelmente entre cerca de 1,5 e cerca de 1,8.

Este pH pode ser obtido adicionando a quantidade apropriada de um ácido como o sulfato de ureia ou o ácido sulfâmico à dispersão aquosa.

Preferivelmente, a dispersão aquosa também inclui um composto de ligação aniônica. Mais preferivelmente este composto de ligação aniônica é um que também serve como composto resistente às nódoas, embora esta função não seja exigida. Por exemplo, quando o fio para alcatifa é feito de polipropileno, não existem pontos de ligação de corante ácido para o composto de polímero de ligação aniônico bloquear. Todavia, verificou-se que o uso do composto de ligação de polímero aniônico melhora o desempenho do composto de produto químico fluorado no fio de propileno para alcatifa. Embora não desejando ficar limitado por qualquer teoria particular, correntemente julga-se que o polímero aniônico funciona para manter o produto químico fluorado na superfície da fibra.

Vários compostos de ligação de polímero aniônico que também funcionam como compostos resistentes às nódoas em fios de "nylon" para alcatifa, segundo se verificou, funcionam bem no presente invento. Os compostos ligadores de polímero aniônico



preferidos são polímeros ou copolímeros de ácido metacrílico. Preferivelmente, estes polímeros ou copolímeros têm uma gama de peso molecular tal que os 90 por cento em peso inferiores têm um peso molecular da ordem de cerca de 2500 a 250000 em média ponderal e um peso molecular da ordem de 500 a 20000 em média numérica.

Correntemente, o composto de ligação de polímero aniónico mais preferido é um ácido polimetacrílico disponível comercialmente na Rohm & Haas sob a designação de Leukotan 1028. O peso molecular dos 90 por cento inferiores em relação à média ponderal para o Leukotan 1028 é, segundo se informa, de 9460 e em relação à média numérica é, segundo se informa, de 5,592.

Correntemente, o segundo composto de ligação de polímero aniónico mais preferido é um polímero de ácido metacrílico designado por XP-4-49 que é feito de acordo com o procedimento descritos nos exemplos que seguem. Preferivelmente, o XP-4-49 é misturado com uma quantidade menor de um composto resistente às nódoas de tipo fenólico, comercializado por Sybron Chemicals, Inc. com a designação de "Tanatex Stainfree". A relação preferida de XP-4-49 para Tanatex é de cerca de 18:1 com base nos sólidos. Esta mistura particular é denominada XP-4-50 nos exemplos que seguem e é o segundo composto mais preferido de ligação de polímero aniónico/composto resistente às nódoas.

Outros compostos de ligação de polímero aniónico/resistente às nódoas também mostraram funcionar bem. As seguintes composições da 3M. Specialty Chemicals Division também funcionaram bem: FX-369, FX-668F, FX-661 e FX-657. Crê-se que o principal ingrediente do FX-369 é uma resina fenólica. Todas as outras composições resistentes às nódoas da 3M, segundo se julga, incluem um polímero ou copolímero de ácido metacrílico e estão descritos numa das patentes US 4937123 e 4822373 ou em ambas.

A composição "SR 300" vendida pela DuPont Flooring Systems, também tem apresentado bons resultados no invento. A SR 300 é uma composição exclusiva com uma resina fenólica como ingrediente principal.

Além do Leukotan 1028 acima referido, outros compostos Leukotan da Rohm & Haas têm sido prometedores, nomeadamente 1027, 970 e 1084. Com excepção do Leukotan 1084 são todos polímeros e copolímeros de ácido metacrílico com vários pesos moleculares. Embora estes compostos sejam geralmente vendidos para a indústria de curtumes, a patente US 4937123 refere-se a este grupo como tendo propriedades de resistência às nódoas quando



aplicados a fibras de “nylon” para alcatifa. Crê-se que o Leukotan 1084 é um polímero de ácido acrílico.

Preferivelmente, o composto de ligação aniónica/composto resistente às nódoas está presente no meio aquoso a um nível entre cerca de 0,05 e cerca de 2,5 por cento de sólidos, mais preferivelmente entre cerca de 0,5 e cerca de 1 por cento.

Preferivelmente, o meio aquoso é feito pelo procedimento seguinte. Tipicamente, o produto químico fluorado e os compostos resistentes às nódoas são fornecidos pelo fabricante como uma dispersão aquosa concentrada. Estes concentrados podem ser simplesmente adicionados à água remanescente num recipiente e agitados à temperatura ambiente. Porque algum produto químico fluorado e/ou composições resistentes às nódoas estão na forma de emulsões que podem ser sensíveis a cortes elevados, a agitação é feita preferivelmente com baixo corte. O pH é medido e é adicionada a quantidade apropriada de ácido para levar o pH para o valor desejado.

De acordo com o invento, o fio para alcatifa é mergulhado no meio aquoso. Preferivelmente, isto é realizado mergulhando a alcatifa num banho do meio aquoso. Mais preferivelmente, a alcatifa é mergulhada puxando a mesma através de uma porção do líquido num aparelho tal como aquele que é conhecido na indústria como aplicador flexível de aperto (“flex nip applicator”). Alternativamente, a alcatifa pode ser colocada num recipiente contendo o meio aquoso. Pode-se ainda pulverizar ou lançar o meio sobre a alcatifa de modo a cobrir a alcatifa.

A quantidade de meio aquoso à alcatifa é preferivelmente tal que proporciona uma relação da alcatifa para o meio aquoso de pelo menos cerca de 0,5 para 1. Uma denominação comum para a quantidade de líquido aplicado à alcatifa é tomada húmida (“wet pick-up”). Com esta denominação, a tomada húmida é pelo menos de 50 por cento. Mais preferivelmente, a tomada húmida está entre cerca de 50 por cento e cerca de 6000 por cento, isto é, uma relação de 0,5:1 a 60:1. Mais preferivelmente, a tomada húmida está entre cerca de 200 e cerca de 500 por cento, isto é, uma relação de 2:1 a 5:1. O controlo do nível da tomada húmida pode ser realizado por meios convencionais tais como rolos espremedores e análogos.

Verificou-se que aquecer a dispersão aquosa em contacto com o fio para alcatifa melhora o desempenho do método do presente invento. Como mostram os exemplos seguintes, o passo de aquecimento encurta o tempo necessário para conseguir uma boa



exaustão do composto de produto químico fluorado sobre a fibra da alcatifa. Portanto, embora não seja exigido, o passo de aquecimento melhora muito a eficácia do método. Embora não desejando ser limitado por uma teoria particular, correntemente julga-se que o tratamento térmico ajuda a curar ou fixar as moléculas de produto químico fluorado nas fibras do fio para alcatifa.

Preferivelmente, este passo de aquecimento é realizado entre cerca de 160°F e 260°F durante 15 segundos a cerca de 60 minutos, mais preferivelmente entre cerca de 180°F e cerca de 220°F, durante cerca de 30 segundos a cerca de 8 minutos. Mais preferivelmente, o passo de aquecimento é realizado expondo a alcatifa com o meio aquoso a vapor à temperatura ambiente, isto é 212°F durante cerca de 1.5 minutos.

Após o passo de aquecimento, a alcatifa é preferivelmente enxaguada para remover o excesso de produtos químicos. O enxaguamento pode ser feito por meios convencionais.

Após o enxaguamento o excesso de água é removido por meios convencionais tais como uma centrífuga Bock. Tipicamente o teor de água depois da centrifugação será de cerca de 20-30 por cento.

Depois do excesso de água ser removido, a alcatifa é preferivelmente seca numa estufa convencional. Tipicamente, a alcatifa é seca a cerca de 220°F durante cerca de 6 a cerca de 8 minutos.

Exemplos

Os exemplos seguintes são dados a título de explicação e ilustração. Como tais, estes exemplos não devem ser considerados como limitadores do quadro do invento tal como é definido nas reivindicações anexas.

Ingredientes e Materiais

Construção da alcatifa

As peças de alcatifas usadas nos exemplos seguintes são feitas com os vários fios face abaixo referidos.



Quando o exemplo menciona um fio de “nylon” de fibra 6, trata-se de um fio tipo 316 da Allied Signal.

Quando o exemplo menciona fio de “nylon” de filamento 6, trata-se de um fio tipo 1190 da Allied Signal.

Quando o exemplo menciona um fio de “nylon” de filamento 6,6, trata-se de um fio tipo 1150 da DuPont, curado segundo Suessen.

Quando o exemplo menciona o fio de “nylon” de fibra 6,6, trata-se de um fio de fibra tipo 1993 da Monsanto.

Quando o exemplo menciona um fio de polipropileno, trata-se de um fio de filamento tipo 1450 da Shaw Industries, Inc.

Quando o exemplo menciona um fio de filamento PET, trata-se de um fio 1450 da Shaw Industries Inc.

Quando o exemplo menciona um fio de fibra sem suporte “carrierless” PET, trata-se de um fio tipo 837 da Hoechst Celanese Corp.

Quando o exemplo menciona um fio de fibra de suporte PET, trata-se do fio tipo 804 da Hoechst Celanese Corp.

Quando o exemplo menciona um fio curado Superba, trata-se de um fio que foi curado a quente com vapor saturado sob pressão numa unidade de cura contínua a quente.

Quando o exemplo menciona um fio curado Suessen, trata-se de um fio que foi curado a quente com vapor sobreaquecido, sob pressão numa unidade de cura contínua a quente.

Cada um destes fios foi tufado num material de suporte de polipropileno com métodos e aparelhos convencionais.

Com a exceção dos exemplos 20a-20q que utilizam alcatifa a toda a largura numa experiência à escala de produção, a alcatifa para os exemplos restantes eram peças de amostra cortadas a 6” x 12”. Cada uma destas peças de amostra foi pesada de modo que



podiam ser calculadas rigorosamente adições de produto químico e/ou tomadas húmidas de licor.

Produtos químicos fluorados

FX-1367F

Uma das composições de produto químico fluorado utilizada nos exemplos seguintes é a vendida pela 3M Specialty Chemicals Division com a referência "FX-1367F". Trata-se de um produto exclusivo cujo principal ingrediente é um produto químico fluorado aniónico, fluorado electroquimicamente. O FX-1367F é apresentado como sendo especialmente apropriado para aplicação por meio de espuma a alcatifas de "nylon", poliéster, lã e acrílico. O produto obtido da 3M é uma dispersão aquosa que contém cerca de 40-42% de sólidos.

NRD-372

Outra das composições de produto químico fluorado usadas nos exemplos seguintes é a vendida pela DuPont com a referência "NRD-372". Trata-se de outro produto exclusivo cujo principal ingrediente é um produto químico fluorado telómero. O produto obtido da Dupont é uma dispersão aquosa que contém cerca de 15-35% de sólidos.

T232D

Ainda outra composição de produto químico fluorado utilizada nos exemplos seguintes é vendida pela Advanced Polymers, Inc. com a designação "Texguard 232D" como abreviatura. É também um produto exclusivo descrito como uma emulsão de copolímero de acrilato de fluoralquilo. Embora a percentagem de sólidos não seja mencionada para este produto, quando seco numa estufa a 220°F, os sólidos remanescentes são cerca de 27 por cento do peso original.

Compostos aniónicos resistentes às nódoas/ligação

Os seguintes compostos aniónicos resistentes às nódoas/ligação foram utilizados nos exemplos seguintes.

XP-4-49 e XP-4-50

Como acima se disse, o segundo composto mais preferido resistente às nódoas a ser utilizado no presente invento é um polímero de ácido polimetacrílico com a referência



XP-4-49 com uma pequena quantidade de "Stainfree" da Sybron. Esta combinação tem a referência XP-4-50.

Foi feito um lote de XP-4-49 num recipiente reaccional equipado com condensadores de refluxo, aquecimento, agitação, termómetro e uma cobertura de gás inerte. Neste recipiente carregam-se 54 libras de ácido metacrílico, 425 libras de água e 1,0 libra de NaOH. Isto foi denominado de fase aquosa A.

Uma carga de monómero B foi preparada misturando 214 libras de ácido metacrílico, 303 libras de água, 0,16 libras de maleato de dialilo e 2,2 libras de NaOH.

Também foram preparadas duas cargas de catalisador. A carga C era constituída por 2,2 libras de persulfato de potássio e 197 libras de água. A carga D era constituída por 2,2 libras de metabissulfito de sódio e 197 libras de água.

A mistura A foi aquecida a uma temperatura de 85-90°C sob uma cobertura de azoto durante 30 minutos. Adicionaram-se 1,3 libras de persulfato de potássio e 1,3 libras de metabissulfito de sódio para iniciar a reacção, do que resultou uma pequena exotermia de 3 a 5°C. Adicionaram-se depois as cargas B, C e D ao recipiente reaccional durante um período de uma hora, mantendo-se a temperatura do recipiente de 90 a 95°C. Passado o período de adição, o lote foi mantido a uma temperatura de 90 a 95°C durante uma hora. Durante esta hora foram adicionados de 15 em 15 minutos, num total de 3 adições, 0,35 libras de persulfato de sódio, 0,35 libras de metabissulfito de sódio e 2,2 libras de NaOH.

O produto resultante, referenciado como XP-4-49, era um líquido viscoso, levemente turvo com 20,4% de sólidos, de pH 3,7 e uma viscosidade de 4800 cps medida num viscosímetro Brookfield com um veio nº2, à temperatura ambiente.

Para fazer o XP-4-50, juntam-se 73,1 partes de XP-4-49, incluindo a água em que é feito, a 24,5 partes de água e 2,4 partes de Sybron Stainfree. O teor de sólidos do Sybron Stainfree é de cerca de 35%. Consequentemente a relação preferida de sólidos do polímero XP-4-49 para os sólidos do Stainfree é de cerca de 18 para 1. Esta mistura era um líquido ambarino, viscoso e transparente com uma viscosidade final de 68 cps.



Compostos resistentes às nódoas da 3M

Vários compostos resistentes às nódoas da Minnesota Mining & Mfg. Co. foram ensaiados nos exemplos seguintes. O FX-369 é um composto resistente às nódoas exclusivo da 3M cujo ingrediente principal é uma resina fenólica. Os FX-668F e FX-661 são outros compostos resistentes às nódoas exclusivos da 3M com um polímero de ácido metacrílico como ingrediente principal. Finalmente, o FX-657 é um composto resistentes às nódoas exclusivo da 3M que tem como ingrediente principal um copolímero de ácido fenólico-metacrílico.

Polímeros de ácido acrílico e metacrílico da Rohm & Haas

Os seguintes polímeros à base de ácido acrílico e metacrílico foram todos obtidos da Rohm & Haas: Leukotan 1027, Leukotan 1028, Leukotan 970 e Leukotan 1084.

Outros produtos resistentes às nódoas

Uma composição resistente às nódoas da DuPont foi ensaiada, nomeadamente a SR-300. Esta é um produto exclusivo com um copolímero de estireno-anidrido maleico com uma resina fenólica. Finalmente foi obtida da Sybron Chemicals, Inc. uma composição resistente às nódoas com a designação "Tanastain 100". Esta composição tem como principal ingrediente uma resina fenólica.

Outros Ingredientes

O ácido usado para ajustar o pH era sulfato de ureia disponível no comércio.

Métodos

Com excepção das variantes abaixo assinaladas, os exemplos foram todos realizados de acordo com os métodos seguintes.

Simulação da tintura

As peças de alcatifa foram tratadas primeiramente para simular o processo de tintura que a alcatifa tipicamente encontra no processo total de fabrico.



Cada peça de amostra foi identificada com um rótulo de lavanderia indicando o número específico do ensaio laboratorial. As peças de amostra foram colocadas num evaporador laboratorial horizontal e passadas com vapor durante 30 segundos, com a face para cima para simular o passo de pré-passagem por vapor de uma linha contínua de tingir.

Deixaram-se as peças pré-passadas por vapor arrefecer durante 30 segundos e depois foram colocadas num aplicador de tabuleiro raso, que continha a quantidade desejada de mistura de banho de tintura e licor. Os banhos de tintura brancos usados nestes exemplos continham uma solução a 0,105% em peso do agente tensioactivo Dowfax 2000 e um tampão de ácido fosfórico para manter o pH nos valores desejados, isto é, a cerca de 5,5. Os banhos de tintura na produção contêm os dois produtos químicos acima mencionados juntamente com o nível desejado de corantes.

As peças de amostra humedecidas foram depois colocadas num evaporador horizontal durante 4,0 minutos. As peças foram passadas com vapor durante 2,0 minutos com os tufo virados para cima e nos 2,0 minutos finais com os tufo virados para baixo, para dar um bom escoamento do licor.

As peças passadas com vapor foram depois retiradas do evaporador e mergulhadas num volume de 3 galões de água da rede à temperatura ambiente, durante 10 a 15 segundos para simular um passo de lavagem. As peças foram depois escurridas numa centrífuga Bock de alta velocidade durante 4,0 minutos, para baixar o nível de humidade até aos valores de 20-30% de tomada húmida.

Aplicação do composto resistente às nódoas e/ou produto químico fluorado

Aplicação do produto químico fluorado a partir de um banho

Nalguns dos exemplos seguintes, o produto químico fluorado foi aplicado mergulhando as peças de amostra escurridas numa dispersão que contém uma das composições de produto químico fluorado acima descritas. O licor no aplicador de prato raso para estes exemplos era feito com um produto químico fluorado aniónico com 0,010% a 0,090% de sólidos e um ácido para regular o pH para o valor desejado. O tecido escurrido foi humedecido neste licor, com uma tomada húmida da ordem de 350-400% e passado subsequentemente com vapor.



Aplicação simultânea de produto químico fluorado e composto resistente às nódoas

Nalguns outros dos exemplos seguintes são aplicados simultaneamente um produto químico fluorado e um composto resistente às nódoas de polímero aniónico. Isto é feito mergulhando as peças de amostra escorridas numa dispersão aquosa que contém tanto um produto químico fluorado como um composto de polímero aniónico resistente às nódoas. O licor no aplicador de prato raso era feito, para estes exemplos, de polímeros aniónicos com uma gama de 0,100 a 0,290% de sólidos, produto químico fluorado aniónico com uma gama de 0,010% a 0,090% de sólidos, e um ácido para ajuste do pH a valores na gama 1,5-1,80. O tecido escorrido foi humedecido neste licor, com uma tomada húmida da ordem de 350-400% e subsequentemente passado com vapor.

Aplicação de composto resistente às nódoas convencional

Ainda noutros dos exemplos seguintes, foi usada uma aplicação convencional de um composto de polímero aniónico, resistente às nódoas. Isto foi feito mergulhando a peça de amostra numa solução do composto resistente às nódoas. Especificamente, depois do passo de escorrimento centrífugo acima descrito, as peças de amostra eram postas de novo num aplicador de prato raso que continha um licor de composto resistente às nódoas convencional. A tomada húmida na aplicação era de 400%. O banho típico de composto resistente às nódoas convencional continha um composto resistente às nódoas com 0,120 a 0,290% de sólidos e um ácido (tipicamente sulfato de ureia) para ajustar o pH na gama de valores desejada. Os valores típicos do pH para a aplicação de composto resistente às nódoas convencional era de 2,0-2,5.

Aplicação de produto químico fluorado convencional

Ainda noutros exemplos realizados para fins de comparação foi aplicado um produto químico fluorado de modo a simular uma aplicação convencional, tal como um tratamento tópico por meio de uma barra de aspersão, num passo subsequente à aplicação de um composto resistente às nódoas. Nestes exemplos, as peças de amostra escorridas eram colocadas num prato raso, com o pêlo para baixo, para aplicação de uma solução que continha um fluorcarbonato com 0,15 a 1,75% de sólidos, com um pH da ordem de 3,5-7,5 unidades. A aplicação laboratorial é feita com uma tomada húmida da ordem de 100% para assegurar uma penetração adequada da solução no pêlo. As peças com esta aplicação convencional do produto químico fluorado eram secas sem o passo de fixação pelo vapor ou extracção por enxaguamento abaixo descrito.



Passagem com vapor

As peças de amostra humedecidas são postas no evaporador horizontal para passagem com vapor durante 1,5 minutos para fixar o produto químico fluorado, o composto resistente às nódoas ou a combinação de ambos, sobre as fibras para alcatifa. O tecido era passado com vapor durante 45 segundos com o tufado virado para cima e 45 segundos com o tufado virado para baixo, para conseguir o escoamento do licor.

Enxaguamento/Extracção

As peças de amostra passadas com vapor foram depois retiradas do evaporador e mergulhadas num volume de 3 galões de água da torneira à temperatura ambiente, durante 10 a 15 segundos para simular um passo de lavagem. As peças de amostra foram depois escorridas numa centrífuga Bock de alta velocidade durante 4,0 minutos para fazer baixar o nível de humidade para a gama de 20-30% de WPU.

Secagem

As peças de amostra escorridas ou as peças com uma aplicação tópica de produto químico fluorado foram depois postas, com o pêlo para cima, numa estufa com circulação forçada de ar e aquecida electricamente, operando a 220°F durante 6-8 minutos. As peças de amostra tinham um teor de humidade da ordem de 1-2% quando eram retiradas da estufa.

Métodos de Teste

Os produtos dos exemplos eram testados por um ou mais dos seguintes métodos de teste:

PPM de flúor

O ensaio para medir o nível de produto químico fluorado aplicado às amostras de alcatifa foi o teste "Nylon fluorine content – Combustion flask oxidation/Specific ion meter", publicado pelo Departamento de Fibras Têxteis de E.I. DuPont De Nemours & Company, Inc. com o número TM-0371-66, N-M 27414.00. Resumidamente, o ensaio é realizado queimando a amostra num balão de combustão de oxigénio. O fluoreto é absorvido numa solução de hidróxido de sódio e o pH e resistência iónica dessa solução são ajustados. A



concentração (actividade) do ião de fluoreto é medido potenciometricamente. Os resultados são expressos em partes por milhão de flúor.

Teste de repelência

Os seguintes testes foram realizados para determinar a repelência das amostras de alcatifa:

Repelência de óleo

Foi usado no que segue, o método de teste publicado em Dezembro de 1992 pela 3M Specialty Chemicals Division com o título "3M Carpet Oil Repellency Test III". Neste ensaio, cinco gotas de 5 mm de óleo são deitadas de uma altura de 3 mm sobre a superfície da alcatifa a ser testada. O óleo usado é fornecido pela 3M com a designação de "Oily Test Liquid C". Se depois de 10 segundos, quatro das cinco gotas ainda são visíveis com forma esférica ou semi-esférica, é atribuído à alcatifa uma classificação de aprovação. A algumas amostras é dada uma classificação "marginal" referenciada por um "(M)" depois de P ou F significando que a amostra passou por pouco ou falhou por pouco.

Repelência de água

O método de teste publicado em Dezembro de 1992 pela 3M Specialty Chemicals Division como "3M Carpet Water Repellency Test V" também foi usado. Este teste é idêntico ao anterior teste de repelência do óleo, com a excepção de que são usadas gotas de água desionizada em vez de óleo.

Repelência de água/álcool

As amostras também foram testadas para testar a repelência de uma mistura de água e álcool. Especificamente foi usado o mesmo procedimento que para a repelência da água com a excepção de que é usada uma mistura de 90% de água desionizada e 10% de álcool isopropílico.

Repelência de sujidade

As amostras dos exemplos 20a-q também foram testadas quanto à repelência da sujidade. Isto foi realizado por meio da utilização de um dispositivo comercializado por



James H. Heal & Co., de Yorkshire, Inglaterra, com a designação “Kappasoil Rapid Soil Applicator”. A finalidade deste dispositivo é imitar as condições de tráfego e deposição de sujidade sobre a alcatifa. Isto é feito pondo as amostras de alcatifa de modo a encaixar no prato giratório do dispositivo. O prato giratório faz girar a amostra durante um certo número de rotações e inverte a direcção do movimento com um intervalo de modo o pêlo é “trafegado” uniformemente em cada direcção.

Enquanto o prato giratório gira, é fornecida de maneira doseada sujidade sintética e aplicada à alcatifa. A superfície de rolos sobre o prato giratório forçam a sujidade a entrar em íntimo contacto com o pêlo da alcatifa. Após um número predeterminado de rotações, as amostras de alcatifa são retiradas do dispositivo e aspiradas ligeiramente para tirar a sujidade que aderiu fracamente.

As amostras são depois classificadas quanto à mudança de cor em relação a um controlo não sujo. Embora isto possa ser feito manualmente com a escala de cinzentos da AATCC, nos exemplos 20a-q foi feito usando um espectrofotómetro MacBeth Eagle-Eye. Os dados da repelência foram convertidos em unidades $L^*a^*b^*$ usando as equações de cor $L^*a^*b^*$ 1976 CIE. Os dados expostos são os valores ΔL^* que indica o grau de escurecimento devido à sujidade das amostras sujas no aparelho Kappasoil, quando comparadas com o controlo não sujo. Valores absolutos baixos de ΔL^* indicam um grau baixo de escurecimento devido à sujidade aderente às fibras da alcatifa, e portanto um grau baixo de potencial de sujamento em relação a amostras com valores ΔL^* mais elevados.

Resistência às nódoas

Resistência às nódoas de vermelho ácido nº40

O método de teste publicado em Dezembro de 1992 pela 3M Specialty Chemicals Division com o título “3M Carpet Stain Release Test II” foi usado no que segue. Neste ensaio, a resistência de uma amostra de alcatifa às nódoas é testada aplicando um pequeno volume de solução aquosa de Vermelho 40 de Food. Drug & Cosmetic. A solução manchadora é feita com 80 mg de corante por litro de água desionizada e tem um pH de $3,0 \pm 0,2$. É usado um aro de manchamento, com uma abertura de 2 polegadas para aplicar 20 ml da solução manchadora à amostra de alcatifa. Logo que os 20 ml são absorvidos pela alcatifa, o aro de manchamento é retirado, e a amostra é deixada em repouso durante 24 ± 2 horas. A amostra é enxaguada com água da rede até a água sair limpa. O excesso de água é retirado e a amostra é seca em estufa a cerca de 100°C durante 90 minutos. A amostra é classificada em relação à escala de cinzentos para mudança de cor fornecida pela American



Associate of Textile Colorist and Chemists (AATCC). Esta escala vai de 1 a 5, com 1 a indicar alteração aguda da cor e 5 a indicar que não há alteração da cor. Uma classificação de 4 neste teste é geralmente considerada aceitável.

Resistência às nódoas de mostarda

A resistência às nódoas de mostarda é determinada de maneira semelhante à do Vermelho Ácido nº40, com a excepção de que a solução manchadora é feita adicionando 75 g de mostarda francesa (contendo tumérico) a 1 litro de água da rede. As amostras de alcatifa foram deixadas assentar na mistura de mostarda durante 30 segundos e depois escurridas. Após repouso durante 24 horas, as amostras foram enxaguadas e secas. Após a secagem, as amostras foram classificadas com a mesma escala de cinzentos AATCC quanto à alteração da cor.

Resistência às nódoas de café a 140°F

O teste da resistência às nódoas de café é semelhante ao da mostarda. A solução manchadora é feita de infusão de café instantâneo com consistência normal elevada a uma temperatura de cerca de 140°F. As amostras de alcatifa foram mergulhadas no café durante 30 segundos. As amostras foram deixadas em repouso durante 30 minutos, e depois enxaguadas e secas. Após a secagem, as amostras foram classificadas com a mesma escala de cinzentos AATCC quanto à alteração da cor. Uma classificação de 4 é considerada geralmente aceitável neste teste.

Teste da durabilidade da resistência às nódoas "WAQE"

As amostras dos exemplos 20a-k foram ensaiadas para determinar a durabilidade das propriedades de resistência às nódoas. Isto é realizado por mistura de uma solução detergente contendo 2,2 onças do detergente da DuPont "DuPont/WAQE" por galão de água. O pH desta solução é ajustado a 10,0 com uma solução de trifosfato de sódio a 10 por cento. As amostras de alcatifa a serem ensaiadas são então mergulhadas no detergente durante 5 minutos. A amostra é depois completamente enxaguada debaixo de uma torneira, torcida à mão e escurrida num extractor centrífugo para eliminar o excesso de água. Depois da alcatifa ter sido assim tratada e seca, é realizado o mesmo ensaio de resistência às nódoas de Vermelho Ácido nº40, e a diferença de cor é classificada pela mesma escala de cinzentos AATCC.



Outros testes sobre a fixação de cor

Exposição ao ozono

Algumas das amostras dos exemplos 20a-q também foram ensaiadas quanto à fixação da cor quando expostas ao ozono. Em particular, foi realizado o método de teste 129-1990 da AATCC e as amostras expostas foram classificadas pela escala de cinzentos AATCC.

Exposição a NO₂

Algumas das amostras dos exemplos 20a-q também foram ensaiadas quanto à fixação da cor quando expostas a NO₂. Em particular, foi realizado o método de teste 164-1987 da AATCC, e as amostras expostas foram classificadas pela escala de cinzentos da AATCC.

Exposição à lâmpada de xénon

As amostras dos exemplos 20a-q também foram ensaiadas quanto à fixação da cor quando expostas à luz da lâmpada de xénon durante 40 horas. Em particular, foi realizado o método de teste 16-1990 e as amostras expostas foram classificadas pela escala de cinzento da AATCC.

Penetração do produto químico fluorado

A alcatifa dos exemplos 20a-q também foi ensaiada para determinar a penetração do tratamento com produto químico fluorado. Isto foi realizado medindo primeiramente a altura média do pêlo de uma amostra de alcatifa de 1 por 3 polegadas. Depois, uma quantidade de óleo Wesson com 0,2 g de vermelho de óleo 0 foi colocada num prato de suporte transparente. A amostra de alcatifa foi colocada no prato, de modo que o óleo ficava exactamente acima do topo do suporte primário. As amostras foram deixadas no prato durante 45 minutos. A altura média do óleo absorvido no fio desde o suporte da alcatifa para cada altura de pêlo foi então medida. Os resultados estão expressos como percentagem da altura média do pêlo que não tem óleo absorvido em relação à altura total média do pêlo. Assim, quanto mais alta é a percentagem, mais baixo o produto químico fluorado penetrou no pêlo.



Exemplos 1a-1p

Aplicação de produtos químicos fluorados isolados e com compostos resistentes às nódoas ao “nylon”

Os exemplos 1a-1p foram realizados para demonstrar o invento no “nylon 6” e no “nylon 6,6” de fibra de face da alcatifa. O fio nos exemplos 1a-1h era o fio de “nylon 6” acima descrito. Nos exemplos 1a-1d o fio era curado segundo Suessen e tufado a 32 osy. Nos exemplos 1e-1h o fio era curado segundo Superba e tufado a 25,5 osy. O fio nos exemplos 1i-1p era o fio de “nylon 6,6” acima descrito. Nos exemplos 1i-1l, o fio foi curado segundo Suessen e tufado a 30,3 osy. Nos exemplos 1m-1p, o fio foi curado segundo Superba e foi tufado a 35 osy.

Todas as 16 peças de amostra de alcatifa foram preparadas como acima de descreveu, isto é, incluindo o banho de simulação da tintura. Como anotado na seguinte Tabela 1, as peças escurridas foram tratadas com os produtos químicos fluorados FX1367F ou T232D, isolados ou com um destes produtos químicos fluorados acompanhado do composto resistente às nódoas XP-4-50, pelos métodos anteriormente descritos. Em todos os exemplos 1a-1p, o pH do banho era de 1,8 e a tomada húmida de 400%. As peças foram passadas com vapor, lavadas, escurridas e secas, tudo como acima descrito.

Depois da secagem, cada peça de amostra de alcatifa foi testada quanto à repelência a óleo, água e água/álcool e quanto ao teor de flúor pelos métodos anteriormente descritos. Os resultados estão expostos na Tabela 1.

Como se pode verificar, o FX1367 (comparar os exemplos 1a a 1b, 1i a 1j e 1m a 1n) era mais influenciado pela adição do XP-4-50 ao banho de aplicação do que o T232D (comparar os exemplos 1c a 1d, 1k a 1l e 1o a 1p).

(Segue Tabela I)



Tabela 1

Nº	Tipo de Fibra	FX1367	T232D	XP-4-50	Óleo	H ₂ O	H ₂ O/Al c	ppm F
1a	N6 Suessen	X			P	P	P	367
1b		X		X	P	P	F	128
1c			X		P	P	P	416
1d			X	X	P	P	P	320
1e	N6 Superba	X			P	P	P	553
1f		X		X	P	P	P	321
1g			X		P	P	P	389
1h			X	X	P	P	P	309
1i	N6.6 Suessen	X			P	P	P	267
1j		X		X	P	P	F	104
1k			X		P	P	P	384
1l			X	X	P	P	P	272
1m	N6.6 Superba	X			P	P	P	473
1n		X		X	P	P	F	126
1o			X		P	P	P	397
1p			X	X	P	P	P	289

Exemplos 2a-2p

Aplicação de produto químico fluorado isolado e com composto resistente às nódoas a PET e PP

Os exemplos 2a-2p foram realizados exactamente como os exemplos 1a-1p, com a excepção de terem sido usados tipos diferentes de fibras de face. Nos exemplos 2a-2d, o fio era o filamento PET curado por Superba acima descrito, e foi tufado a 33 osy. Nos exemplos 2e-2h, o fio era a anterior fibra de poliéster sem suporte acima descrita, e foi tufado a 34 osy. Nos exemplos 2i-2l, o fio era a fibra de poliéster de suporte da Hoechst Celanese acima descrita e foi tufado a 40 osy. Nos exemplos 2m-2p, o fio era o filamento de polipropileno curado por Superba produzido pela Shaw Industries, Inc. acima descrito, tufado a 26 osy. Os resultados estão expostos na Tabela 2.

Estes resultados mostram que o T232D actuava melhor nas amostras de PET que o FX1367. Igualmente, como se vê comparando os exemplos 2m a 2n e 2o a 2p, a adição do polímero de ligação aniónico XP-4-50 melhorava muito o desempenho de ambos os produtos químicos fluorados sobre as amostras de polipropileno.

Tabela 2

Nº	Tipo de Fibra	FX1367	T232D	XP-4-50	Óleo	H ₂ O	H ₂ O/Al c	ppm F
2a	PET Superba	X			P	P	P	124
2b		X		X	P	P	F	111
2c			X		P	P	P	304
2d			X	X	P	P	P	224
2e	PET 837	X			P	P	P	166
2f		X		X	P	P	P	861
2g			X		P	P	P	346
2h			X	X	P	P	P	253
2i	PET 804	X			P	P	P	126
2j		X		X	P	P	F	76
2k			X		P	P	P	212
2l			X	X	P	P	P	216
2m	PP Superba	X			F	P	P	135
2n		X		X	P	P	F	229
2o			X		F	P	P	90
2p			X	X	P	P	P	313

Exemplos 3a-3i

Aplicação do produto químico fluorado com XP-4-50 e SR-300 a polipropileno

Os exemplos 3a-3h foram realizados exactamente como os exemplos 2m-2p, com a excepção de que o fio de polipropileno curado por Superba é tufado a 22 osy, são usados dois níveis de pH diferentes no banho e os compostos resistentes às nódoas XP-4-50 e SR-300 são comparados. O exemplo 3i foi ensaiado como controlo. O exemplo 3i era feito de fio de polipropileno curado por Superba a 22 osy, foi tratado na simulação de banho de tintura mas não foi tratado com a adição de produto químico fluorado nem com a do composto resistente às nódoas. Os resultados estão expostos na Tabela 3.

Estes resultados mostram que o XP-4-50 actua geralmente melhor que o SR-300 quando aplicado ao polipropileno.



Tabela 3

Nº	pH	FX1367	T232D	XP-4-50	SR-300	Óleo	H ₂ O	H ₂ O/Alc	ppm F
3a	1,8	X		X		P	P	P	184
3b	1,5	X		X		P	P	F	283
3c	1,8		X	X		P	P	P	391
3d	1,5		X	X		P	P	P	317
3e	1,8	X			X	F(M)	P	P	143
3f	1,5	X			X	P	P	P	188
3g	1,8		X		X	P	P	P	163
3h	1,5		X		X	P	P	P	237
3i	1,8					F	P	F	N/A

Exemplos 4a-4p

Efeito do pH sobre o produto químico fluorado aplicado isolado ao “nylon 6,6”

Os exemplos 4a-4p foram realizados para observar o efeito do pH da dispersão aquosa de produto químico fluorado. As peças de amostra de alcatifa usadas nestes exemplos eram feitas com o fio de “nylon 6,6” acima descrito, que foi curado por Superba também como acima se descreveu. O fio foi tufado para dar a densidade de 35 osy. As peças de amostra de alcatifa foram todas tratadas pelo método de simulação do banho de tintura acima descrito. Foi depois aplicado um produto químico fluorado foi depois aplicado pelo método de imersão acima descrito. O licor para a aplicação do produto químico fluorado incluía 0,6% da composição NRD372 acima descrita e sulfato de ureia para ajustar o pH para o nível abaixo referido. O resto do licor era água. As peças foram passadas com vapor, enxaguadas, escorridas e secas como acima se descreveu. As peças de amostra de alcatifa foram depois testadas pelos testes de repelência de óleo, repelência de água e repelência de água/óleo acima descritos. As peças também foram testadas para determinar o nível de flúor como acima se descreveu. Os resultados estão expostos na Tabela 4.

Estes resultados mostram o declínio dramático do desempenho do produto químico fluorado quando o pH do banho de aplicação não é inferior a 3,5.



Tabela 4

Ex. Nº	pH	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
4a	1,5	P	P	P	757
4b	1,6	P	P	P	787
4c	1,7	P	P	P	769
4d	1,8	P	P	P	749
4e	1,9	P	P	P	698
4f	2,0	P	P	P	731
4g	2,1	P	P	P	733
4h	2,2	P	P	P	737
4i	2,5	P	P	P	388
4j	3,0	P	P	P	372
4k	3,5	P	P	P	80
4l	4,0	P(M)	F	F	32
4m	4,5	F	F(M)	F(M)	42
4n	5,0	F	F	F	30
4o	5,5	F	F	F	34
4p	6,0	F	F	F	61

Exemplos 5a-5p

Efeito do pH no produto químico fluorado aplicado isolado ao “nylon 6”

Os exemplos 5a-5p foram realizados e testados exactamente como os exemplos 4a-4p com a excepção de que era usado o fio de “nylon 6” acima descrito em vez do fio de “nylon 6,6”. O fio de “nylon 6” foi curado por Superba e foi tufado a 25,5 osy. Os resultados estão expostos na Tabela 5.

Estes resultados mostram o declínio do desempenho do composto químico fluorado sobre o “nylon 6” quando o pH é 3 ou superior.

(Tabela 5)



Tabela 5

Ex. Nº	pH	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
5a	1,5	P	P	P	750
5b	1,6	P	P	P	768
5c	1,7	P	P	P	759
5d	1,8	P	P	P	683
5e	1,9	P	P	P	698
5f	2,0	P	P	P	649
5g	2,1	P	P	P	675
5h	2,2	P	P	P	633
5i	2,5	P	P	P	389
5j	3,0	F	F	F	61
5k	3,5	F	F	F	43
5l	4,0	F	F	F	29
5m	4,5	F	F	F	34
5n	5,0	F	F	F	36
5o	5,5	F	F	F	41
5p	6,0	F	F	F	38

Exemplos 6a-6h

Efeito do pH sobre produto químico fluorado e polímero aniónico aplicados a
“nylon 6,6”

Os exemplos 6a-6h foram realizados e testados exactamente como os exemplos 4a-4h, com a excepção de que o composto resistente às nódoas de polímero aniónico acima descrito foi adicionado ao licor com o produto químico fluorado NRD372. A solução de XP-4-50 foi adicionada a 3,3%, dando um nível de peso de sólidos de 0,120%. Os resultados dos testes estão expostos na Tabela 6.

Estes resultados demonstram que o máximo preferido de pH é 1,8 quando o produto químico fluorado e o composto resistente às nódoas são aplicados simultaneamente ao “nylon 6,6”.



Tabela 6

Ex. Nº	pH	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
6a	1,5	P	P	P	582
6b	1,6	P	P	P	582
6c	1,7	P	P	P	545
6d	1,8	P	P	P	316
6e	1,9	F	F	F	87
6f	2,0	F	F	F	62
6g	2,1	F	F	F	42
6h	2,2	F	F	F	41

Exemplos 7a-7h

Efeito do pH sobre produto químico fluorado e polímero aniónico aplicados a “nylon 6”

Os exemplos 7a-7h foram realizados e testados exactamente como os exemplos 5a-5h, com a excepção de que o composto resistente às nódoas de polímero aniónico XP-4-50 acima descrito foi adicionado ao licor com o produto químico fluorado NRD372. A solução de XP-4-50 foi adicionada a 3,3%, o que dá um nível do peso de sólidos de 0,120%. Os resultados dos testes estão expostos na Tabela 7.

Embora não tão dramáticos, estes resultados mostram que, quando se trabalha com “nylon 6”, o pH máximo preferido é de 2,0.

Tabela 7

Ex. Nº	pH	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
7a	1,5	P	P	P	522
7b	1,6	P	P	P	457
7c	1,7	P	P	P	489
7d	1,8	P	P	P	602
7e	1,9	P	P	P	452
7f	2,0	P	P	P	319
7g	2,1	F	P	P	195
7h	2,2	F	P	P	208



Exemplos 8a-8i

Efeito do tempo sobre produto químico fluorado e polímero aniónico aplicados a “nylon 6,6” sem um passo de aquecimento a pH 1,5

Os exemplos 8a-8i foram realizados para estudar o efeito do tempo sobre amostras a que foram aplicados produto químico fluorado e composto resistente às nódoas sem um passo de aquecimento. Com excepção do tempo em que as amostras de alcatifa foram deixadas em contacto com o meio aquoso e da ausência de um passo de aquecimento, os exemplos 8a-8h foram realizados como no exemplo 6a. isto é, com um pH do meio aquoso estabelecido em 1,5. O exemplo 8i foi realizado como controlo e inclui um tratamento de 3 minutos com vapor. Os resultados dos testes nestas amostras, incluindo o teste de tintura com Vermelho Ácido 40, estão expostos na Tabela 8.

Estes resultados mostram que o desempenho da aplicação de produto químico fluorado sem um passo de aquecimento melhora com o tempo de repouso.

Tabela 8

Ex. Nº	Tempo (hrs.)	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
8a	1	2	F	P	P	116
8b	2	2-3	P	P	P	155
8c	3	3	P	P	P	165
8d	4	3-4	P	P	P	206
8e	8	3-4	P	P	P	264
8f	24	4	P	P	P	273
8g	48	4	P	P	P	258
8h	72	4-5	P	P	P	257
8i	3 min.	5	P	P	P	297

Exemplos 9a-9f

Efeito do tempo sobre produto químico fluorado e polímero aniónico aplicados a “nylon 6,6” sem um passo de aquecimento a pH 1,8

Os exemplos 9a-9f foram realizados como os exemplos 8d-8i, com a excepção de que o meio aquoso foi preparado com pH de 1,8. O exemplo 9f foi realizado como controlo e incluía um tratamento de 3 minutos com vapor. Os resultados dos testes nestes exemplos, incluindo o teste de tintura com Vermelho Ácido 40, estão expostos na Tabela 9.

Comparando estes resultados com os da Tabela 8, vê-se que o pH de 1,5 nos exemplos 8a-h dá melhores resultados que o pH 1,8 nos exemplos 9a-e.

Tabela 9

Ex. N°	Tempo (hrs.)	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
9a	4	2	F	P	F(M)	73
9b	8	3-4	F	P	F(M)	89
9c	24	3	F	P	F	80
9d	48	4	F	P	P(M)	93
9e	72	4	F	P	P	88
9f	3 min.	4	P	P	P	346

Exemplos 10a-10i

Efeito do tempo sobre produto químico fluorado e polímero aniônico aplicados a "nylon 6" sem um passo de aquecimento a pH 1.5

Os exemplos 10a-10i foram realizados exactamente como os exemplos 8a-8i, com a única excepção de que foi usado o fio de "nylon 6" curado por Superba acima descrito tufado a 25,5 osy, em vez de "nylon 6,6". Os resultados dos ensaios nestas amostras estão expostos na Tabela 10.

Estes resultados são semelhantes aos obtidos com o "nylon 6,6" nos exemplos 8a-8i.

Tabela 10

Ex. N°	Tempo (hrs.)	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
10a	1	1-2	F	P	P	95
10b	2	2	F	P	P	123
10c	3	2	P	P	P	157
10d	4	2-3	P	P	P	233
10e	8	2-3	P	P	P	251
10f	24	2-3	P	P	P	249
10g	48	2-3	P	P	P	283
10h	72	3	P	P	P	285
10i	3 min.	2	P	P	P	270



Exemplos 11a-11f

Efeito do tempo sobre produto químico fluorado e polímero aniônico aplicados ao “nylon 6” sem um passo de aquecimento a pH 1.8

Os exemplos 11a-11f foram realizados como os exemplos 9a-9f, com a única exceção de que foi usado o fio de “nylon 6” curado por Superba acima descrito tufado a 25.5 osy, em vez do “nylon 6,6”. Os resultados destes testes estão expostos na Tabela 11.

Estes resultados são semelhantes aos do “nylon 6,6” na Tabela 9.

Tabela 11

Ex. Nº	Tempo (hrs.)	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
11a	4	2-3	F	P	F(M)	73
11b	8	2	F	P	F(M)	68
11c	24	2-3	F	P	F	74
11d	48	2-3	F	P	F	71
11e	72	3	F	P	P	91
11f	3 min.	2	P	P	P	301

Exemplos 12a-12x

Vários polímeros aniônicos aplicados a “nylon 6” a 1.0% de sólidos e pH de 1.5

Os exemplos 12a-12k foram realizados para comparar a utilização de vários polímeros ligadores aniônicos com dois compostos diferentes de produto químico fluorado. Em particular foram aplicados 12 polímeros aniônicos diferentes, todos descritos anteriormente, num banho que continha quer o produto químico fluorado T232D quer o produto químico fluorado FX1367F. A alcatifa era feita de “nylon 6” tufado a 25,5 osy. Em cada exemplo, o polímero aniônico estava presente a cerca de 0,25% do banho. Quando usado, o produto químico fluorado T232D estava presente a cerca de 0,0135% do banho. Quando usado, o produto químico fluorado FX1367F estava presente a cerca de 0,05% do banho. O pH do banho foi regulado para 1,5. Os outros níveis bem como os métodos, tempos e temperaturas eram os mesmos que nos exemplos 1. Os resultados dos testes nestas amostras estão expostos na Tabela 12.

Tabela 12

Ex. Nº	Polímero aniônico	Produto fluorado usado	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
12a	FX369	T232D	5	F	F(M)	F	63
12b	FX369	FX1367F	5	F	F(M)	F	102
12c	FX668	T232D	5	F	P	P	87
12d	FX668	FX1367F	5	P	F(M)	F	76
12e	FX661	T232D	5	F(M)	P	P	61
12f	FX661	FX1367F	5	F(M)	P(M)	F	78
12g	FX657	T232D	5	P	P	P	170
12h	FX657	FX1367F	4-5	P	P	P	208
12i	SR300	T232D	2-3	P	P	P	136
12j	SR300	FX1367F	2-3	P	P	P	200
12k	LK1027	T232D	5	F	P	P	82
12l	LK1027	FX1367F	5	P(M)	P	P	170
12m	LK1028	T232D	4-5	F	P	F(M)	148
12n	LK1028	FX1367F	4-5	F	F(M)	F	159
12o	LK970	T232D	4-5	F	P	F	148
12p	LK970	FX1367F	4-5	F(M)	F(M)	F	180
12q	LK1084	T232D	1-2	F	F	F	55
12r	LK1084	FX1367F	1-2	P	F	F	135
12s	TS100	T232D	4	F	F	F	51
12t	TS100	FX1367F	4-5	F	F	F	49
12u	XP-4-49	T232D	4-5	F(M)	P	P	120
12v	XP-4-49	FX1367F	4-5	P(M)	P	F	203
12w	XP-4-50	T232D	5	F	P	P	167
12x	XP-4-50	FX1367F	5	P	P	P(M)	185

Exemplos 13a-13x

Vários polímeros aniônicos aplicados a "nylon 6" a 0,5% de sólidos e a pH de 1,5

Os exemplos 13a-13x foram realizados como os exemplos 12a-12x, com a única exceção de que metade da quantidade de polímero aniônico era adicionada ao licor, de modo que o mesmo era aplicado a 0,5% do peso dos sólidos. Os resultados destes testes estão expostos na Tabela 13. Comparando os resultados na Tabela 12 com os resultados na Tabela 13 vê-se que o nível reduzido de polímero ligador nos exemplos 13a-13x produz um melhor desempenho do produto químico fluorado.

Tabela 13

Ex. Nº	Polímero aniônico	Produto fluorado usado	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
13a	FX369	T232D	3	P	P	P	161
13b	FX369	FX1367F	2	P	P	P	202
13c	FX668	T232D	4	P	P	P	110
13d	FX668	FX1367F	3-4	P	P	P	108
13e	FX661	T232D	2	P	P	P	117
13f	FX661	FX1367F	3-4	P	P	P	88
13g	FX657	T232D	1-2	P	P	P	160
13h	FX657	FX1367F	1-2	P	P	P	175
13i	SR300	T232D	1	P	P	P	164
13j	SR300	FX1367F	1	P	P	P	212
13k	LK1027	T232D	2-3	F(M)	P	P	126
13l	LK1027	FX1367F	1-2	P	P(M)	F(M)	183
13m	LK1028	T232D	4-5	F	P	P(M)	152
13n	LK1028	FX1367F	4-5	P(M)	P(M)	F(M)	162
13o	LK970	T232D	2	F(M)	P	P(M)	156
13p	LK970	FX1367F	1	P	P(M)	F(M)	197
13q	LK1084	T232D	1	F	P	P(M)	76
13r	LK1084	FX1367F	1	P(M)	F	F	172
13s	TS100	T232D	3-4	F	F(M)	F	42
13t	TS100	FX1367F	4	F	F(M)	F	60
13u	XP-4-49	T232D	3-4	F	F(M)	F	104
13v	XP-4-49	FX1367F	4	F	F(M)	F	201
13w	XP-4-50	T232D	4-5	F	P	P(M)	99
13x	XP-4-50	FX1367F	4-5	P	P	P(M)	238

Exemplos 14a-14x

Vários polímeros aniônicos aplicados a "nylon 6" a 1,0% de sólidos e pH de 1,8

Os exemplos 14a-14x foram realizados como os exemplos 12a-12x, com a única exceção de que o pH do banho era ajustado para 1,8. Os resultados dos testes estão expostos na Tabela 14.

Tabela 14

Ex. Nº	Polímero aniónico	Produto fluorado usado	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
14a	FX369	T232D	5	F	F	F	39
14b	FX369	FX1367F	5	F	F	F	75
14c	FX668	T232D	5	F	P	F(M)	53
14d	FX668	FX1367F	5	F	F	F	58
14e	FX661	T232D	5	F	P	F	39
14f	FX661	FX1367F	5	F	P(M)	F	40
14g	FX657	T232D	5	P	P	P	168
14h	FX657	FX1367F	5	P(M)	F(M)	F(M)	130
14i	SR300	T232D	2-3	P	P	P	132
14j	SR300	FX1367F	4	P	P	P(M)	104
14k	LK1027	T232D	5	F	P	P	82
14l	LK1027	FX1367F	5	P	P(M)	P(M)	170
14m	LK1028	T232D	4-5	F	P	P	145
14n	LK1028	FX1367F	4-5	F(M)	P(M)	F(M)	194
14o	LK970	T232D	3	F	P	F(M)	136
14p	LK970	FX1367F	3	F(M)	F(M)	F	240
14q	LK1084	T232D	1-2	F	F	F	62
14r	LK1084	FX1367F	1-2	P	F	F	131
14s	TS100	T232D	3-4	F	F	F	39
14t	TS100	FX1367F	4-5	F	F	F	37
14u	XP-4-49	T232D	4-5	F	P	F(M)	127
14v	XP-4-49	FX1367F	4-5	P	P	F(M)	185
14w	XP-4-50	T232D	5	F	P	P	129
14x	XP-4-50	FX1367F	5	P	P	P(M)	177

Exemplos 15a-15x

Vários polímeros aniônicos aplicados a "nylon 6" e a pH de 1.8

Os exemplos 15a-15x foram realizados como os exemplos 14a-14x, com a única exceção de que metade da quantidade de polímero aniônico era adicionada ao licor, de modo que este era aplicado a 0,05% do peso dos sólidos. Os resultados dos testes estão expostos na Tabela 15. De modo semelhante à comparação das Tabelas 12 e 13, a comparação das Tabelas 14 e 15 mostra que o desempenho do produto químico fluorado foi melhorado com o nível reduzido do polímero de ligação aniônico nos exemplos 15a-x.

Tabela 15

Ex. Nº	Polímero aniônico	Produto fluorado usado	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
15a	FX369	T232D	3-4	F	P	F(M)	53
15b	FX369	FX1367F	2-3	F	F(M)	F	75
15c	FX668	T232D	3	P	P(M)	P	110
15d	FX668	FX1367F	3	F(M)	P	P	108
15e	FX661	T232D	2-3	P	P	P	117
15f	FX661	FX1367F	4-5	P	F(M)	F(M)	88
15g	FX657	T232D	3	P	P	P	160
15h	FX657	FX1367F	2	P	P	P(M)	175
15i	SR300	T232D	1	P	P	P	164
15j	SR300	FX1367F	1	P	P	P	212
15k	LK1027	T232D	2	P(M)	P	P	126
15l	LK1027	FX1367F	2	P	P(M)	F(M)	183
15m	LK1028	T232D	4-5	F(M)	P	P(M)	152
15n	LK1028	FX1367F	4-5	P(M)	P(M)	F	162
15o	LK970	T232D	2	F	P	P	156
15p	LK970	FX1367F	1	P	P	P(M)	197
15q	LK1084	T232D	1	F	P	P(M)	76
15r	LK1084	FX1367F	1	P(M)	F(M)	F	172
15s	TS100	T232D	3	F	F	F	42
15t	TS100	FX1367F	3-4	F	F	F	60
15u	XP-4-49	T232D	3-4	F	P	F	104
15v	XP-4-49	FX1367F	4	F	F(M)	F	201
15w	XP-4-50	T232D	5	P	P	P(M)	188
15x	XP-4-50	FX1367F	4-5	P	P	P(M)	93

Exemplos 16a-16x

Vários polímeros aniônicos aplicados a “nylon 6,6” a 1,0% de sólidos e a pH de 1,5

Os exemplos 16a-16x foram realizados com os exemplos 12a-2x, com a única exceção de que a alcatifa usada era feita de “nylon 6,6” curado por Superba e tufado a 35 osy. Os resultados dos testes estão expostos na Tabela 16. Os resultados destes exemplos com o “nylon 6,6” são semelhantes aos encontrados na Tabela 12 para o “nylon 6”.

Tabela 16

Ex. Nº	Polímero aniônico	Produto fluorado usado	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
16a	FX369	T232D	5	F	F	F	37
16b	FX369	FX1367F	5	F	F(M)	F	70
16c	FX668	T232D	5	F	F(M)	F	52
16d	FX668	FX1367F	5	F	F(M)	F	44
16e	FX661	T232D	5	F	P	F	45
16f	FX661	FX1367F	5	F	P(M)	F	57
16g	FX657	T232D	5	P	P	P	154
16h	FX657	FX1367F	5	P	P	P	215
16i	SR300	T232D	5	P	P	P	135
16j	SR300	FX1367F	5	P	P	P	180
16k	LK1027	T232D	5	F	P	P	85
16l	LK1027	FX1367F	5	F(M)	P	P	187
16m	LK1028	T232D	4-5	F	P	P(M)	142
16n	LK1028	FX1367F	4-5	F	F(M)	F(M)	192
16o	LK970	T232D	4-5	F	F(M)	F	136
16p	LK970	FX1367F	4-5	F	F(M)	F	161
16q	LK1084	T232D	1-2	F(M)	F	F	72
16r	LK1084	FX1367F	1-2	P(M)	F	F	170
16s	TS100	T232D	4-5	F	F	F	51
16t	TS100	FX1367F	5	F	F	F	40
16u	XP-4-49	T232D	4-5	F(M)	P(M)	F(M)	128
16v	XP-4-49	FX1367F	4-5	F(M)	P	F(M)	166
16w	XP-4-50	T232D	5	F(M)	P	P	125
16x	XP-4-50	FX1367F	5	P	P	P	230

Exemplos 17a-17x

Vários polímeros aniônicos aplicados a "nylon 6.6" a 0.5% de sólidos e a pH de 1,5

Os exemplos 17a-17x foram realizados como os exemplos 16a-16x, com a única exceção de que metade da quantidade de polímero aniônico foi adicionado ao licor, de modo que era aplicado a 0,5% em peso dos sólidos. Os resultados dos ensaios estão expostos na Tabela 17.



Embora não tão dramática como a comparação entre as Tabelas 12 e 13, a comparação dos resultados das Tabelas 16 e 17 mostra que o desempenho do produto químico fluorado é melhorado com o nível mais baixo do polímero de ligação aniônico.

Tabela 17

Ex. Nº	Polímero aniônico	Produto fluorado usado	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
17a	FX369	T232D	5	F	F(M)	F	44
17b	FX369	FX1367F	5	F	P(M)	F	80
17c	FX668	T232D	5	F	P	F(M)	61
17d	FX668	FX1367F	5	F	P(M)	F(M)	97
17e	FX661	T232D	5	F	P	F(M)	68
17f	FX661	FX1367F	5	F	F(M)	F	80
17g	FX657	T232D	5	P	P	P	142
17h	FX657	FX1367F	5	P	P	P(M)	217
17i	SR300	T232D	3-4	P	P	P	151
17j	SR300	FX1367F	4-5	P	P	P	129
17k	LK1027	T232D	5	F(M)	P	P(M)	149
17l	LK1027	FX1367F	5	P	P	F(M)	224
17m	LK1028	T232D	4-5	F(M)	P	P(M)	140
17n	LK1028	FX1367F	4-5	F(M)	P	F(M)	189
17o	LK970	T232D	4-5	F(M)	P	F	133
17p	LK970	FX1367F	4-5	F(M)	P(M)	F	184
17q	LK1084	T232D	1	F(M)	P	P	109
17r	LK1084	FX1367F	1	P(M)	F	F	145
17s	TS100	T232D	4-5	F	F(M)	F	49
17t	TS100	FX1367F	4-5	F	P	F	60
17u	XP-4-49	T232D	4-5	F	P	P	79
17v	XP-4-49	FX1367F	4-5	F	P	F(M)	150
17w	XP-4-50	T232D	5	F(M)	P	P	104
17x	XP-4-50	FX1367F	5	P	P	P	247

Exemplos 18a-18x

Vários polímeros aniônicos aplicados a "nylon 6.6" a 1,0% de sólidos e a pH de 1,8

Os exemplos 18a-18x foram realizados como os exemplos 16a-16x, com a única exceção de que o pH do banho era regulado para 1,8. Os resultados dos testes estão expostos na Tabela 18.

Tabela 18

Ex. Nº	Polímero aniônico	Produto fluorado usado	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
18a	FX369	T232D	5	F	F	F	50
18b	FX369	FX1367F	5	F	F(M)	F	59
18c	FX668	T232D	5	F	F(M)	F	70
18d	FX668	FX1367F	5	F	F(M)	F	56
18e	FX661	T232D	5	F	P(M)	F	32
18f	FX661	FX1367F	5	F	P(M)	F	34
18g	FX657	T232D	5	P	P	P	135
18h	FX657	FX1367F	5	P(M)	F(M)	F(M)	108
18i	SR300	T232D	5	P	P	P	147
18j	SR300	FX1367F	5	F(M)	P	P(M)	108
18k	LK1027	T232D	5	F	P	P	86
18l	LK1027	FX1367F	5	P(M)	P	P	178
18m	LK1028	T232D	4-5	F	P	F(M)	145
18n	LK1028	FX1367F	4-5	F	P(M)	F(M)	168
18o	LK970	T232D	4-5	F	P(M)	F(M)	151
18p	LK970	FX1367F	4-5	F	F(M)	F	259
18q	LK1084	T232D	1-2	F(M)	F	F	74
18r	LK1084	FX1367F	1-2	P	F	F	149
18s	TS100	T232D	5	F	F	F	28
18t	TS100	FX1367F	5	F	F	F	35
18u	XP-4-49	T232D	4-5	F(M)	P	P	148
18v	XP-4-49	FX1367F	4-5	P	P	P(M)	199
18w	XP-4-50	T232D	5	F(M)	P	P	118
18x	XP-4-50	FX1367F	5	P	P	P(M)	127

Exemplos 19a-19x

Vários polímeros aniônicos aplicados a "nylon 6,6" a 0,5% de sólidos e a pH de 1,8

Os compostos 19a-19x foram realizados como os exemplos 18a-18x, com a única exceção de que metade da quantidade de polímero aniônico era adicionada ao licor, de

modo que este era aplicado a 0,5% em peso dos sólidos. Os resultados dos testes estão expostos na Tabela 19. Estes resultados são semelhantes aos dos exemplos 18a-18x. Não houve portanto uma melhoria acentuada no desempenho do produto químico fluorado com o nível reduzido de polímero de ligação aniónico.

Tabela 19

Ex. Nº	Polímero aniónico	Produto fluorado usado	AR 40	Óleo	Água	Água/Álcool	ppm F
19a	FX369	T232D	5	F	F(M)	F	41
19b	FX369	FX1367F	5	F	F(M)	F	55
19c	FX668	T232D	5	F	P	F	41
19d	FX668	FX1367F	5	F	P(M)	F	59
19e	FX661	T232D	5	F	F(M)	F	45
19f	FX661	FX1367F	5	F	F	F	48
19g	FX657	T232D	5	P	P	P	137
19h	FX657	FX1367F	5	F(M)	P(M)	F(M)	127
19i	SR300	T232D	4	P	P	P	142
19j	SR300	FX1367F	5	P(M)	P	P(M)	130
19k	LK1027	T232D	4-5	F(M)	P	P(M)	117
19l	LK1027	FX1367F	5	F(M)	P(M)	F(M)	214
19m	LK1028	T232D	4-5	F(M)	P	P	156
19n	LK1028	FX1367F	4-5	P(M)	P	F(M)	174
19o	LK970	T232D	4-5	F	P	P(M)	149
19p	LK970	FX1367F	3	P	P	F	172
19q	LK1084	T232D	1	F(M)	P	P(M)	97
19r	LK1084	FX1367F	1	P(M)	P	F(M)	173
19s	TS100	T232D	4-5	F	F(M)	F	33
19t	TS100	FX1367F	4-5	F	P(M)	F	41
19u	XP-4-49	T232D	4	F(M)	P	P(M)	87
19v	XP-4-49	FX1367F	4-5	F	P(M)	F(M)	201
19w	XP-4-50	T232D	5	F(M)	P	P	85
19x	XP-4-50	FX1367F	5	P	P	P(M)	188

A partir de um exame dos dados dos exemplos 12-19 podem ser feitas as generalizações seguintes. Primeiramente, verifica-se que o Leukotan 1028 tinha o melhor desempenho como polímero aniónico de ligação/resistente às nódoas sobre diferentes fibras de "nylon", a diferentes níveis e a níveis de pH diferentes. Verifica-se que o XP-4-50 tem o



segundo melhor desempenho, vindo o FX-657, o XP-4-49 e o Leukotan 970 em terceiro, quarto e quinto lugares respectivamente.

Exemplos 20a-20q

Testes à escala de produção

Os exemplos 20a-20q foram realizados para demonstrar o invento a uma escala de produção. Estes exemplos também foram realizados para comparar a aplicação simultânea de produto químico fluorado e composto resistente às nódoas (Tratamento num Só Passo ou TSP) com a aplicação convencional do composto resistente às nódoas, se houver, seguida pela aplicação tópica, por meio de uma barra de aspersão, do produto químico fluorado, se houver.

Nos exemplos seguintes, a alcatifa usada era toda feita quer de fio de filamento de "nylon 6,6" tipo 1150 DuPont ou de fio de polipropileno tipo 1450. O fio de "nylon" era curado a quente pelo método Superba e tufado a 25,5 osy. O fio de propileno também era curado a quente pelo método Superba e tufado a 34,3 osy. A alcatifa incluía um revestimento aderente de látex e um suporte secundário de polipropileno, ambos aplicados por meios convencionais. Como é habitual a alcatifa era feita em rolos com 12 pés de largura.

Esta alcatifa de "nylon" era tinta por meios convencionais. Em particular, a alcatifa era passada por uma linha contínua de tintura com uma tomada húmida de cerca de 400 por cento. O banho de tintura incluía um agente tensioactivo aniónico e corantes ácidos para darem uma cor bege clara. O pH do banho de tintura era de 5,5. A alcatifa foi passada por vapor durante 3,7 minutos, depois enxaguada com uma tomada húmida de 500 por cento e depois escorrida até uma tomada húmida de 40 por cento.

No exemplo 20a, a alcatifa era a alcatifa de "nylon" acima referida. Depois do passo de tintura, alcatifa foi passada através de um aplicador flexível de aperto para aplicar em conjunto um produto químico fluorado e um bloqueador de nódoas (TSP). O banho incluía 0.142 por cento de sólidos de XP-4-50 e cerca de 0.064 por cento de sólidos de FX1367F. O pH deste banho era de 1,8. A tomada húmida era de cerca de 350 por cento, aplicando-se portanto cerca de 0,56 por cento de produto químico fluorado em relação ao peso da alcatifa e cerca de 3,42 por cento de composto resistente às nódoas em relação ao peso da alcatifa. A alcatifa foi passada por vapor durante 2,7 minutos e depois enxaguada com uma tomada húmida de 500 por cento e escorrida até uma tomada húmida de 40 por cento.

A alcatifa foi depois seca numa estufa regulada a 240°F durante 1,0 minutos.

O exemplo 20b era igual ao exemplo 20a, com a excepção de que somente metade da quantidade de FX1367F estava presente no banho, isto é, a um nível de 0,032 por cento de sólidos.

O exemplo 20c era igual ao exemplo 20a, com a excepção de que era usado o NRD372 como produto químico fluorado a 0,029 por cento de sólidos, em vez de FX1367F.

O exemplo 20d era igual ao exemplo 20c, com a excepção de que era usada somente metade da quantidade de NRD372, nomeadamente 0,014 por cento de sólidos.

O exemplo 20e era igual ao exemplo 20a, com a excepção de que era usado o T232D como produto químico fluorado a um nível de 0,010 por cento de sólidos.

O exemplo 20f era igual ao exemplo 20e, com a excepção de que o nível de T232D no banho de tratamento era aumentado para 0,021 por cento de sólidos.

O exemplo 20g era igual ao exemplo 20f, com a excepção de que o nível de T232D no banho de tratamento era aumentado para 0,043 por cento de sólidos.

O exemplo 20h era igual ao exemplo 20a, com a excepção de que não havia produto químico fluorado no banho de tratamento. No seu lugar, o banho de tratamento incluía somente uma composição de polímero aniónico/resistente às nódoas, nomeadamente SR300 a 0,24 por cento de sólidos. O banho de tratamento tinha um pH de 2,2. Após o passo de enxaguamento e escorrimento descrito no exemplo 20a, o produto químico fluorado FX1367F era aplicado por uma barra de aspersão ("Spray") que aplicou uma tomada húmida de cerca de 15 por cento de uma emulsão que continha 1,38 por cento de sólidos, do que resulta uma aplicação de cerca de 0,21 por cento de produto químico fluorado em relação ao peso da alcatifa.

O exemplo 20i era igual ao exemplo 20h, com a excepção de que o FX1367F estava presente a 1,22 por cento da emulsão aspergida sobre a alcatifa, proporcionando portanto 0,18 por cento de sólidos em relação ao peso da alcatifa.

O exemplo 20j era igual ao exemplo 20i, com a excepção de que o produto químico fluorado NRD372 da DuPont era aplicado pela barra de aspersão em vez do FX1367F. O



nível de NRD372 era de 1,17 por cento de sólidos da emulsão, do que resultava uma aplicação de cerca de 0,18 por cento em relação ao peso da alcatifa.

O exemplo 20k era igual ao exemplo 20j, com a excepção de que o nível de NRD372 era baixado para 0,72 por cento de sólidos, do que resultava uma aplicação de cerca de 0,11 por cento em relação ao peso da alcatifa.

O exemplo 20l era igual ao exemplo 20a, com a excepção de que era usada alcatifa de polipropileno em vez da alcatifa de "nylon". Também, a alcatifa de polipropileno não era tingida e, em vez disso, tratada com uma solução contendo apenas 0,105 por cento de agente tensioactivo a um pH de 7,5. A alcatifa era passada com vapor durante 3,7 minutos antes de ser enxaguada e escorrida como acima se descreveu. Além disso, era usado no banho de tratamento o produto químico fluorado T232D a um nível de 0,015 por cento de sólidos. O nível de XP-4-50 no banho de tratamento era baixado para 0,137 por cento de sólidos.

O exemplo 20m era igual ao exemplo 20l, com a excepção o nível de T232D no banho de tratamento era aumentado para 0,030 por cento de sólidos.

O exemplo 20n era igual ao exemplo 20m, com a excepção de que não era incluído nenhum polímero aniónico/composto resistente às nódoas no banho de tratamento nem aplicado à alcatifa em qualquer passo.

O exemplo 20o era igual ao exemplo 20n, com a excepção de que era em vez de se aplicar o produto químico fluorado T232D no banho de tratamento aplica-se o FX1367F por meio de uma barra de aspersão. Em particular, a alcatifa era submetida ao pré-tratamento mas não mergulhada num banho com polímero aniónico ou produto químico fluorado, nem a alcatifa era submetida ao passo de passagem com vapor que seria realizado depois deste banho. Uma emulsão contendo 1,06 por cento de sólidos de FX1367F era aspergida com uma tomada húmida de 15 por cento, produzindo-se portanto cerca de 0,16 por cento de sólidos de FX1367F em relação ao peso da alcatifa.

A alcatifa produzida em cada um dos exemplos foi testada quanto ao teor de flúor, à repelência ao óleo, à água e à água/álcool, e foram feitos o teste do Vermelho Ácido nº40, o teste WAQE da durabilidade da resistência às nódoas, o teste das nódoas de mostarda e o teste das nódoas de café.

Os resultados destes testes estão expostos na Parte A da Tabela 20. A alcatifa produzida foi também testada quanto à sujidade com o dispositivo Kappa sendo reportado o ΔL^* . A alcatifa também foi ensaiada quanto à penetração do produto químico fluorado, fixação da cor quando exposto a Ozono, NO_x e à luz de Xénon. Os resultados destes testes estão expostos na Parte B da Tabela 20.

Tabela 20 - parte A

Ex. Nº	TSP ou Aspersão	ppm F	Óleo	Água	Água/ Álcool	AR 40	Nódoa WAQE	Nódoa de mostarda	Nódoa de café
20a	TSP	139	P	F(M)	F	5	3	2-3	4
20b	TSP	120	P	F	F	5	3	3	4
20c	TSP	185	P	P	P(M)	4-5	3	2-3	4
20d	TSP	133	P	P	F(M)	4-5	2-3	3	4-5
20e	TSP	149	F(M)	P(M)	F(M)	5	3-4	2-3	4-5
20f	TSP	312	P	P	P	5	3-4	3	4-5
20g	TSP	971	P	P	P	5	3-4	3	4
20h	Aspersão	185	P	P(M)	F(M)	4	2-3	1-2	4
20i	Aspersão	152	P	P(M)	F(M)	4	2-3	1-2	4
20j	Aspersão	778	P	P	P	4	2-3	1-2	4
20k	Aspersão	461	P	P	P	4	3	1-2	4
20l	TSP	197	P	P	P				
20m	TSP	412	P	P	P				
20n	TSP	242	P	P	P				
20o	Aspersão	292	P	P	P				

(Segue Tabela 20)

Tabela 20 parte B

Ex. N°	TSP ou Aspersão	KS ΔL^*	FC Pen.	Ozono 2 cic.	Ozono 5 cic.	NO _x 2 cic.	40 horas Xenon
20a	TSP	-14,16	50%	5	5	3-4	4
20b	TSP	-14,60	30%	5	4	3-4	4-5
20c	TSP	-12,89	100%	5	5	3-4	3-4
20d	TSP	-13,15	60%	5	5	3	4
20e	TSP	-17,28	15%				
20f	TSP	-16,60	80%				
20g	TSP	-17,84	100%				
20h	Aspersão	-12,70	30%	5	5	4	3-4
20i	Aspersão	-12,15	30%				
20j	Aspersão	-11,20	50%	4-5	4-5	4	5
20k	Aspersão	-12,22	20%	5	5	4	4-5
20l	TSP	-10,67	25%				
20m	TSP	-10,56	95%				
20n	TSP	-11,69	10%				
20o	Aspersão	-11,67	30%				

Verifica-se portanto que foi descoberto um método novo e vantajoso de melhorar a repelência da alcatifa. Preferivelmente, o método também inclui a aplicação de um composto para melhorar também a resistência da alcatifa às nódoas. Deste modo, o invento proporciona uma considerável vantagem, devido ao facto dos dois tratamentos serem adicionados simultaneamente.

Lisboa, 31.12.2001

Por SHAW INDUSTRIES, INC.

- O AGENTE OFICIAL -

O ADJUNTO



Eng.º ANTÓNIO JOÃO
DA CUNHA FERREIRA
Ag. Of. Pr. Ind.
Rua das Flores, 74-4.º
1200-195 LISBOA



REIVINDICAÇÕES

1. Método de tratamento de alcatifas ou fio para alcatifa a fim de melhorar a sua repelência, que compreende os passos de:

proporcionar alcatifa ou fios para alcatifa que compreendem fibras poliméricas;

proporcionar repelência eficaz aumentando as quantidades de composto de produto químico fluorado aniónico ou não iónico num meio aquoso;

mergulhar a alcatifa ou os fios para alcatifa no meio aquoso; e

eliminar o excesso de água da alcatifa ou do fio para alcatifa,

caracterizado pelo facto de o composto de produto químico fluorado ser proporcionado juntamente com um composto de ligação de polímero aniónico no meio aquoso, tendo o meio aquoso um pH inferior a 3,5 e estando isento de sal de metal bivalente solúvel em água.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual o composto de ligação aumenta a resistência das fibras para alcatifa às nódoas.

3. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual o pH é superior a 1,0 e inferior a 3,5.

4. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual o pH está entre 1,5 e 1,8.

5. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual o composto de produto químico fluorado é escolhido no grupo constituído por produtos químicos fluorados teloméricos e produtos químicos fluorados electroquimicamente fluorados.

6. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual o composto de produto químico fluorado está presente numa quantidade entre cerca de 0,0035 e cerca de 0,175 por cento do meio aquoso.

7. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual o composto de ligação está presente numa quantidade entre cerca de 0,05 e cerca de 2,5 por cento do mesmo meio aquoso.



8. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual o composto de ligação é um polímero ou um copolímero de ácido metacrílico.

9. Método de acordo com a reivindicação 8, no qual o polímero ou o copolímero de ácido metacrílico tem um peso molecular numérico médio entre cerca de 500 e cerca de 20000.

10. Método de acordo com a reivindicação 1, que compreende ainda o passo de aquecer o fio para alcatifas depois de ser retirado meio aquoso, para assim fixar o composto de produto químico fluorado e o composto de ligação nas fibras poliméricas.

11. Método de acordo com a reivindicação 10, no qual o fio para alcatifas é aquecido a uma temperatura entre cerca de 71,1°C (160°F) e cerca de 126,7°C (260°F) durante entre cerca de 15 segundos e cerca de 60 minutos.

12. Método de acordo com a reivindicação 10, no qual o fio para alcatifa é aquecido a uma temperatura entre cerca de 82,2°C (180°F) e cerca de 104,4°C (220°F) durante entre cerca de 30 segundos a 8 minutos.

13. Método de acordo com a reivindicação 10, no qual o fio para alcatifa é aquecido com vapor.

14. Método de acordo com a reivindicação 10, no qual a razão de meio aquoso para fio para alcatifa durante o passo de aquecimento é pelo menos de 0,5:1.

15. Método de acordo com a reivindicação 10, no qual a razão de meio aquoso para fio para alcatifa durante o passo de aquecimento vai de cerca de 2:1 a cerca de 60:1.

16. Método de acordo com as reivindicações 1 ou 10, no qual o fio para alcatifa foi tufado em alcatifa, alcatifa esta que é mergulhada no meio aquoso, colocando-se a alcatifa num recipiente que contém o meio aquoso.

17. Método de acordo com a reivindicação 16, no qual a alcatifa é retirada do recipiente antes do passo de aquecimento e a razão de meio aquoso para a alcatifa durante o passo de aquecimento é pelo menos de cerca de 0,5:1.



18. Método de acordo com a reivindicação 17, no qual a relação do meio aquoso para a alcatifa durante o passo de aquecimento vai de cerca de 2:1 a cerca de 10:1.

19. Método de acordo com a reivindicação 16, no qual a alcatifa e o meio aquoso são aquecidos no recipiente.

20. Método de acordo com a reivindicação 19, no qual a razão de meio aquoso para alcatifa durante o passo de aquecimento vai de cerca de 12:1 a cerca de 60:1.

21. Método de acordo com as reivindicações 1 ou 10, no qual o fio para alcatifa é tufado numa alcatifa que é mergulhada no meio aquoso, puxando a alcatifa através de um tanque do meio aquoso, sob condições que produzem uma razão do meio aquoso para a alcatifa durante o passo de aquecimento de pelo menos 0,5:1.

22. Método de acordo com a reivindicação 21, no qual a razão de meio aquoso para alcatifa durante o passo de aquecimento vai de cerca de 2:1 a cerca de 10:1.

23. Método de acordo com a reivindicação 22, no qual a alcatifa é mergulhada no meio aquoso usando um aplicador flexível de aperto.

24. Método de acordo com as reivindicações 1 ou 10, no qual o fio para alcatifa é tufado numa alcatifa que é mergulhada no meio aquoso, lançando o meio aquoso sobre a alcatifa de modo a resultar uma razão do meio aquoso para a alcatifa de pelo menos de cerca de 0,5:1 durante o passo de aquecimento.

25. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual as fibras são feitas de poliamida.

26. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual as fibras são feitas de “nylon” e incluem pontos de tintura ácida e no qual o composto de ligação bloqueia os pontos de tintura ácida, tornando assim as fibras de “nylon” resistentes às nódoas.

27. Método de acordo com a reivindicação 1, no qual as fibras de superfície são feitas de polipropileno.

28. Método de acordo com qualquer das reivindicações 1, 4, 5, 6, 16, 18, 19, 21, 22 ou 23, que compreende os passos de:



proporcionar uma alcatifa que compreende fibras de superfície de “nylon”;

proporcionar uma repelência eficaz aumentando as quantidades de um composto de produto químico fluorado aniônico ou não iônico e de um composto de polímero aniônico resistente às nódoas num meio aquoso, tendo este meio aquoso um pH inferior a 3,5 e sendo isento de metal bivalente solúvel em água;

mergulhar a alcatifa no meio aquoso;

aquecer a alcatifa e o meio aquoso; e

remover o excesso de água da alcatifa.

29. Método de acordo com a reivindicação 28, no qual o “nylon” é “nylon 6”.

30. Método de acordo com qualquer das reivindicações 1, 4 a 6, 16 a 19 ou 21 a 24, no qual a alcatifa é uma alcatifa de polipropileno que compreende os passos de:

proporcionar a alcatifa que tem fibras de superfície de polipropileno;

proporcionar repelência eficaz aumentando as quantidades de composto de produto químico fluorado aniônico ou não iônico e de um composto de ligação de polímero aniônico num meio aquoso, tendo este meio aquoso um pH inferior a 3 e sendo isento de um sal de metal bivalente solúvel em água;

mergulhar a alcatifa no meio aquoso;

aquecer a alcatifa e o meio aquoso; e

remover o excesso de água da alcatifa.

31. Método de acordo com a reivindicação 30, no qual o pH é superior a 1,0 e inferior a 3,5.

32. Método de acordo com as reivindicações 28 ou 30, no qual a alcatifa é aquecida a uma temperatura entre cerca de 82,2°C (180°F) e cerca de 104,4°C (220°F) durante entre cerca de 15 segundos e cerca de 6 minutos.



33. Método de acordo com as reivindicações 28 ou 30, no qual a alcatifa é aquecida com vapor.

34. Método de acordo com as reivindicações 28 ou 30, no qual a razão do meio aquoso para a alcatifa durante o passo de aquecimento é pelo menos de 0,5:1.

35. Método de acordo com as reivindicações 28 ou 30, no qual a razão do meio aquoso para a alcatifa durante o passo de aquecimento está entre cerca de 2:1 a cerca de 60:1.

36. Composição para tratar alcatifa a fim de melhorar a sua repelência, que compreende quantidades eficazes melhoradoras da repelência de:

um meio aquoso; e

um produto químico fluorado aniónico ou não iónico,

caracterizado pelo facto de que a composição compreender ainda

um composto de ligação de polímero aniónico,

e pelo facto de o referido meio aquoso ter um pH inferior a 3,5 e estar isento de um sal de metal bivalente solúvel em água.

37. Composição de acordo com a reivindicação 36, na qual o composto de produto químico fluorado está presente numa quantidade entre cerca de 0,0035 e cerca de 0,175 por cento.

38. Composição de acordo com a reivindicação 36, na qual o composto de ligação de polímero aniónico está presente numa quantidade entre cerca de 0,01 e cerca de 2,5 por cento.

39. Composição de acordo com a reivindicação 36, que tem um pH entre 1,5 e 1,8.

40. Composição de acordo com a reivindicação 36, na qual o composto de ligação de polímero aniónico é um polímero ou copolímero de ácido metacrílico.

41. Composição de acordo com a reivindicação 36, na qual o produto químico fluorado é escolhido a partir do grupo constituído pelos produtos químicos fluorados teloméricos e produtos químicos fluorados electroquimicamente fluorados.

Lisboa, 31.12.2001

Por SHAW INDUSTRIES, INC.

- O AGENTE OFICIAL -

O ADJUNTO



Eng.º ANTÓNIO JOÃO
DA CUNHA FERREIRA
Ag. Of. Pr. Ind.
Rua das Flores, 74-4.º
1200-195 LISBOA