



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **99-00595**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **24.05.1999**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
30.11.2000 BOPI nr. 11/2000

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
28.11.2003 BOPI nr. 11/2003

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 118314; 104256

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **UNIVERSITATEA "LUCIAN BLAGA", SIBIU, JUDEȚUL SIBIU, RO**

(73) Titular: **UNIVERSITATEA "LUCIAN BLAGA", SIBIU, JUDEȚUL SIBIU, RO**

(72) Inventatori: **COMAN DIANA, SIBIU, RO; GRIGORIU AURELIA, IAȘI, RO; DRĂGAN STELA ECATERINA, IAȘI, RO; GHIMICI LUMINIȚA, IAȘI, RO**

(74) Mandatar:

(54) **PROCEDEU DE RETRATARE A VOPSIRILOR CU COLORANȚI
DIRECȚI PE FIBRE CELULOZICE**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de retratare a vopsirilor cu coloranți direcți pe fibre celulozice în vederea stabilizării acestora, destinat industriei textile. Procedeu conform invenției constă dintr-o operație de tratare a materialului textil din fibre celulozice vopsit cu coloranți direcți, cu un produs policationic, obținut prin polimerizarea condensativă a epiclorhidrinei cu dimetilamină și N, N- dimetil-1, 3-diaminopropan cu un raport molar între epiclorhidrină și amine de 1, 14/l iar

între amine de 0, 95/0, 05/l/, luat în concentrație de 1...3%, raportat la materialul textil, la o temperatură de 20...55°C și o durată de aplicare de 10...35 min, într-o baie, prin epuizare. Invenția prezintă avantajul folosirii unui produs cu structură liniară, cu toxicitate redusă, cu aplicare simplă, neinfluențată de pH-ul mediului și care asigură îmbunătățirea rezistenței la spălare a vopsirilor.

Revendicări: 1

RO 118809 B



Invenția se referă la un procedeu de retratare a vopsirilor cu coloranți direcți, aplicați pe fibre celulozice, destinat utilizării în industria textilă în scopul îmbunătățirii rezistenței vopsirilor la tratamente umede.

Sunt cunoscute procedee de retratare a vopsirilor cu coloranți direcți, folosind săruri metalice. Se folosesc: sulfatul de cupru, pentru îmbunătățirea rezistenței la lumină, și bicromatul de potasiu, pentru îmbunătățirea rezistenței la tratamente umede. Procedeu cu sulfat de cupru constă în tratarea materialului textil vopsit într-o baie care conține 1...3% sulfatul de cupru tehnic, 1...3% acid acetic 30% la 60...70°C, timp de 20...30 min pe jigher sau cada cu vârtelniță, în final realizându-se spălarea și uscarea materialului.

Procedeu cu bicromat de potasiu constă în tratarea materialului textil vopsit într-o baie ce conține 2...3% bicromat de potasiu tehnic, 1...2% acid acetic de 60%, operația având loc timp de 20 min la temperatura de 80...90°C, urmată de spălarea și uscarea materialului.

Aceste procedee prezintă dezavantajul că, prin complexarea cu metale a coloranților, se produc modificări de nuanță și de strălucire a culorilor.

Un alt procedeu de retratare a vopsirilor cu coloranți direcți folosește aldehida formică și conduce la îmbunătățirea rezistențelor la tratamente ude, prin mărirea particulelor de colorant în fibră și crearea de punți metilenice între molecule. Procedeu constă în tratarea materialului textil vopsit într-o baie ce conține 0,5...2% formaldehidă 33%, 0,5...1,5% acid acetic 60%, timp de 20 min, la temperatura de 60°C, după care urmează spălarea și uscarea materialului.

Acest procedeu prezintă dezavantaje prin aceea că se micșorează rezistența la lumină a vopsirilor și se folosește un produs neecologic.

Sunt cunoscute procedee de îmbunătățire a rezistenței vopsirilor prin tratare ulterioară cu agenți cationactivi sau cu rășini sintetice pe bază de precondensate ale diciandiaminei sau melaminei cu aldehida formică, care conduc la formarea în fibră a unui precipitat și, probabil, a unui strat insolubil protector pe fibră.

Procedeu cu rășini cationice se realizează prin tratarea materialului textil vopsit într-o baie ce conține 2...7 g/l rășină cationică, la temperatura de 30°C timp de 20...30 min pe jigher, în final realizându-se spălarea, stoarcerea și uscarea materialului.

Aceste procedee asigură mărirea rezistenței vopsirilor la apă, la acizi, la alcalii, dar nu și la spălarea cu săpun, și prezintă dezavantajul micșorării rezistenței la lumină și la frecare, modificarea culorii și scăderea dicroismului.

În descrierea **RO 118314** este prezentat un procedeu pentru retratarea materialelor textile vopsite cu coloranți direcți, prin epuizare, cu o flotă ce conține un produs de policondensare a epiclorhidrinei cu dimetilamina și trietilentetramina, la o temperatură de 36,5...55°C, timp de 26...35 min. Acest procedeu prezintă dezavantajul folosirii unui produs policationic cu structură ramificată, care prezintă stabilitate redusă la păstrarea în timp.

Problema pe care o rezolvă invenția este stabilirea componentelor flotei de tratare și a parametrilor de aplicare a acestora astfel, încât să conducă la îmbunătățirea rezistențelor la tratamente umede cu modificări minime de culoare, cât și folosirea unui produs cationic cu structură liniară cu stabilitate mărită în timp, a cărui aplicare să nu fie influențată de pH-ul mediului de tratare.

Procedeu conform invenției înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că soluția de tratare conținând produsul cationic de policondensare a epiclorhidrinei cu dimetilamina și N,N - dimetil - 1,3 - diaminopropan, luat în concentrație de 1...3 % raportată la materialul textil, la o temperatură cuprinsă între 20 și 55°C, se aplică prin epuizare, pe materialul textil din fibre celulozice vopsit cu coloranți direcți, timp de 10...35 min, obținându-se îmbunătățirea rezistenței vopsirilor la spălare cu 1,5...2,5 puncte pe scara de gri și stabilitatea nuanței.

Soluția de retratare conține produsul policationic menționat, cu un conținut mai mare de grupe cationice de 95% față de produsul folosit la procedeul din brevetul **118314** și care era de 80%, acest lucru determinând posibilități mărite de legare de coloranții direcți cu grupe sulfonice.

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- se asigură folosirea unui produs policationic ale cărui proprietăți nu sunt influențate de pH-ul mediului;

- se asigură îmbunătățirea rezistenței la spălare a vopsirilor cu coloranți direcți;

- se asigură un efect minim de diminuare a rezistenței la lumină a vopsirilor;

- se asigură un efect minim de modificare a nuanței vopsirilor;

- asigură reducerea poluării mediului înconjurător, produsul folosit fiind cu toxicitate redusă comparativ cu formaldehida;

- posibilitatea extinderii utilizării procedeului la fibre poliamidice vopsite cu coloranți acizi sau cu coloranți direcți și la fibre proteice (lână) vopsite cu coloranți acizi.

Se dau în continuare trei exemple de realizare a invenției:

Exemplul 1. Procedeul de retratare a vopsirilor cu coloranți direcți, pe fibre celulozice, conform invenției, constă dintr-o operație de tratare a materialului textil într-o baie ce conține o cantitate de 3% produs cationic de policondensare a epiclorhidrinei cu dimetilamina și N,N - dimetil - 1,3 - diaminopropan, la un raport de flotă de 50:1 și la o temperatură de 30°C timp de 30 min, materialul fiind vopsit cu o soluție conținând colorant direct CI Direct Red 80 2%, NaCl 10% și Na₂CO₃ 1%, concentrațiile fiind raportate la cantitatea de material textil. Produsul cationic de policondensare a epiclorhidrinei cu dimetilamina și N,N - dimetil - 1,3 - diaminopropan are un raport molar între epiclorhidrină și amine de 1,14/1, iar între amine de 0,95/0,05.

Urmează spălarea la 60°C și apoi la 20...25°C timp de 10 min, stoarcerea și uscarea materialului textil la 80...100°C timp de 15 min.

Caracteristicile materialului textil retratat sunt date în tabelul 1. Determinarea rezistenței la spălare se face la 40°C, determinarea rezistenței la lumina artificială se realizează cu lampa de xenon (Xenotest), iar diferența de culoare se determină spectrofotometric, comparativ cu proba etalon, în conformitate cu standardele internaționale.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 2.

Tabelul 1

Nr crt	Su- por- tul textil	Agen- tul catio- nic	Rezistența la spălare (scara de gri)	Rezistența la lumină (scara de albastru)	ΔL^* diferența de lumi- nozitate	ΔC^* diferența de saturație	ΔH^* diferența de nuanță	ΔE^* ΔE_{CMC} diferența de culoare	
1	Bum- bac (fibră celu- lozică	ne- tra- tat	2-3/ 4-5/ 4-5	3	referință				
2	Bum- bac (fibră celu- lozică	tratat	5/5/5	3	-0,22	-1,11	-1,05	1,55	0,78

Caracteristicile fizice ale culorii (luminozitatea, nuanța și saturația) prezintă variații mici - aspect favorabil pentru aplicarea practică a produsului policationic; diferențele mici de culoare se încadrează în limitele admise în sistemul CIELAB. Așa cum rezultă din tabel, se asigură îmbunătățirea rezistenței vopsirilor la spălare cu 1,5 -2,5 puncte pe scara de gri și stabilitatea nuanței.

Exemplul 2. Se aplică procedeul de la exemplul 1, folosind colorantul cu CI Direct Blue 71, în concentrații de 2%, NaCl 10%, Na₂CO₃ 1% raportate la materialul textil. Retratarea materialului vopsit se face într-o baie ce conține o cantitate de 3% produs cationic de policondensare a epiclorhidrinei cu dimetilamina și N,N - dimetil - 1,3 - diaminopropan, la un raport de flotă de 50:1 și la o temperatură de 30°C timp de 30 min. Produsul cationic de policondensare a epiclorhidrinei cu dimetilamina și N,N - dimetil - 1,3 - diaminopropan are un raport molar între epiclorhidrină și amine de 1,14/1, iar între amine, de 0,95/0,05.

Urmează spălarea la 60°C și apoi la 20...25 °C timp de 10 min, stoarcerea și uscarea materialului textil la 80...100°C timp de 15 min.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 2.

Tabelul 2

Nr crt	Su- por- tul textil	Agen- tul catio- nic	Rezis-tența la spălare (scara de gri)	Rezistența la lumină (scara de albastru)	ΔL* diferența de lumi- nozitate	ΔC* diferența de saturație	ΔH* diferența de nuanță	ΔE* ΔE _{CMC} diferența de culoare	
1	Bum- bac (fibră celu- lozică	ne- tra- tat	2-3/3-4/ 4-5	5-6	referința				
2	Bum- bac (fibră celu- lozică	tratat	4-5/5/5	5	0,54	0,52	0,67	1,01	0,77

Exemplul 3. Se aplică procedeul de la exemplul 1, folosind colorantul cu CI Direct Black 56 în concentrații de 1%, NaCl 10%, Na₂CO₃ 1%, raportate la materialul textil. Retratarea materialului vopsit se face într-o baie ce conține o cantitate de 3% produs cationic de policondensare a epiclorhidrinei cu dimetilamina și N,N - dimetil - 1,3 - diaminopropan, la un raport de flotă de 50: 1 și la o temperatură de 30°C timp de 30 min. Produsul cationic de policondensare a epiclorhidrinei cu dimetilamina și N,N - dimetil - 1,3 - diaminopropan are un raport molar între epiclorhidrină și amine de 1,14/1, iar între amine, de 0,95/0,05.

Urmează spălarea la 60°C și apoi la 20...25°C timp de 10 min, stoarcerea și uscarea materialului textil la 80...100°C timp de 15 min.

Rezultatele obținute sunt redată în tabelul 3.

Tabelul 3

Nr crt	Supor- tul textil	Agen- tul catio- nic	Rezistența la spălare (scara de gri)	Rezistența la lumină (scara de albastru)	ΔL^* diferența de lumi- nozitate	ΔC^* diferența de saturație	ΔH^* diferența de nuanță	ΔE^*	ΔE_{CMC} diferența de culoare
1	Bum- bac (fibră celu- lozică	netra- tat	3/4-5/ 4-5	4	referința				
2	Bum- bac (fibră celu- lozică	tratat	5/5/5	3-4	0,41	0,41	- 0,24	0,63	0,48

Procedeu de retratare a vopsirilor cu coloranți direcți pe fibre celulozice, printr-o operație de tratare a materialului textil vopsit într-o baie cu o soluție, urmată de spălarea, stoarcerea și uscarea materialului, soluția de tratare conținând epiclorhidrină, dimetilamină și o amină polifuncțională, **caracterizat prin aceea că** se tratează materialele vopsite cu coloranți direcți cu o soluție care conține produsul policationic în care amina polifuncțională este N,N-dimetil-1,3-diaminopropan cu un raport molar între epiclorhidrină și amine de 1,14/1, iar între amine, de 0,95/0,05, luat în concentrație de 1...3%, raportat la materialul textil, la o temperatură cuprinsă între 20 și 55°C, prin epuizare, timp de 10...35 min.

160

Președintele comisiei de examinare: **dr. ing. Paraschiv Adriana**

Examinator: **ing. Ionescu Bucura**

