



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8002847**

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 **Polyester bevattend textielmateriaal met verbeterde ondoorzichtigheid.**
- ⑤1 Int.Cl³: D06M11/12, C08J7/06.
- ⑦1 Aanvrager: Milliken Research Corporation te Spartanburg, South Carolina, Ver. St. v. Am.
- ⑦4 Gem.: Ir. G.F. van der Beek c.s.
NEDERLANDSCH OCTROOIBUREAU
Joh. de Wittlaan 15
2517 JR 's-Gravenhage.

-
- ②1 Aanvraag Nr. 8002847.
- ②2 Ingediend 16 mei 1980.
- ③2 Voorrang vanaf 17 mei 1979, 6 september 1979, 10 maart 1980.
- ③3 Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).
- ③1 Nummers van de voorrangsaanvragen: 40032 , 72959 , 128619 .
- ②3 --
- ⑥1 --
- ⑥2 --

-
- ④3 Ter inzage gelegd 19 november 1980.

De aan dit blad gehechte afdruk van de beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en) bevat afwijkingen ten opzichte van de oorspronkelijk ingediende stukken; deze laatste kunnen bij de Octrooiraad op verzoek worden ingezien.

N.O. 29.090

Polyester bevattend textielmateriaal met verbeterde ondoorzichtigheid

Het is reeds lang bekend, dat textielmaterialen, dat wil zeggen gesponnen garens, geëxtrudeerde filamenten, weefsels, breisels, vliezen en dergelijke meer ondoorzichtig kunnen worden gemaakt door de toevoeging van verschillende metaaloxiden, zoals titaandioxide, daaraan. Door toevoeging van ondoorzichtigheid aan een doorzichtig textielmateriaal, wordt het dekkend vermogen van het materiaal aanzienlijk verbeterd, zonder het extra gewicht en de extra kosten, die zouden bestaan voor een zwaarder, dicht gevormd substraat. Eveneens is het bij het aldus toevoegen van ondoorzichtigheid aan het textielmateriaal tamelijk wenselijk, zo niet verplichtend, verandering van de hanteringseigenschappen tot een punt, waarop het materiaal ongeschikt wordt voor bijvoorbeeld kledingstukgebruik ^{te vermijden} en de verbeterde ondoorzichtigheidseigenschap dient na herhaalde wasbehandelingen of chemisch reinigingsbehandelingen behouden te blijven.

Titaandioxide is een geschikt produkt voor het toevoegen van ondoorzichtigheid aan een textielmateriaal. Titaandioxide-toevoeging aan een synthetisch polymeer filament is veelal gedaan door het produkt toe te voegen aan de polymeersmelt voorafgaande aan de extrusie van de filamenten. Dergelijke technieken resulteren in een dispersie van het titaandioxide door de dwarsdoorsnede van het filament. Textielmaaksels, gesponnen garens, vezelvliezen, geëxtrudeerde filamenten en dergelijke zijn behandeld na de vorming, waarbij het titaandioxide op het oppervlak van de textielmaterialen is aangebracht uit foulardeerbaden door besproeiing, dompelen en dergelijke voor verschillende effecten, met inbegrip van ondoorzichtigheid. In het bijzonder is, in die gevallen waar het titaandioxide tot dusverre gebruikt is om witheid of ondoorzichtigheid toe te voegen aan het textielmateriaal, een hechtend bindmiddel opgenomen als het primaire middel om dit produkt te bevestigen op het textielmateriaal voor duurzaamheidsdoeleinden zowel als tegen "stuiven", dat wil zeggen verwijdering van het pigment tengevolge van

800 28 47

... vervorming en herhaalde was- en oppervlakte/chemisch reinigingsbehandelingen. In het algemeen echter heeft, wanneer een voldoende hoeveelheid titaandioxide is toegevoegd voor het merkbaar verbeteren van de ondoorzichtigheid van het substraat, de hoeveelheid bindmiddel, die eerder vereist was, een tamelijk stijf substraat voortgebracht. Bij foulardeerbewerkingen migreert het titaandioxide ook tijdens het drogen, waardoor een niet-gelijkmatige verdeling van pigment over het oppervlak van het substraat verkregen wordt.

10 Hechtende bindmiddelen en titaanoxide, hetzij in de vorm van titaanzout of een pigment, zijn daarom aanwezig geweest in dispersies, oplossingen of emulsies tezamen met andere bestanddelen en in aanraking gebracht met het textielmateriaal voor een normale aanbrenging daarop. Het textielmateriaal werd daarna verder verwerkt voor het bevorderen van de hechting van de verschillende bestanddelen eraan.

Het was verder bekend titaanzouten te gebruiken in dispersies, die worden aangebracht op textielmaterialen zoals celluloseacetaat, rayon en dergelijke om deze produkten te ontglanzen. Het aanbrengen van metaaloxiden om een celluloseacetaat te ontglanzen is gewoonlijk uitgevoerd door een metaalzout in de dispersie te gebruiken, waarna het zout met zuur werd behandeld om de metaalionen vrij te maken, die onder zure omstandigheden op het substraat gefixeerd worden.

25 Feitelijk zijn deze werkwijzen in het verleden totaal onder zure omstandigheden uitgevoerd. Andere technieken zijn eveneens toegepast voor het aanbrengen van titaandioxide op textielmaterialen. Uitputtingstechnieken zijn uitgevoerd, waarbij de deeltjesgrootte van het titaandioxide $0,1\text{ }\mu\text{m}$ of kleiner was. Bij dergelijke werkwijzen is het titaandioxide van een zodanige deeltjesgrootte, dat het kleurloos is en wordt aangebracht om vervuiling van het textielmateriaal te doorstaan zonder enig witmakend effect. Met andere woorden, de ondoorzichtigheid wordt niet verbeterd.

35 Terwijl alle hiervoor vermelde technieken in feite vroeger zijn gebruikt om titaandioxide en andere metaaloxiden op textielsubstraten aan te brengen heeft geen enkele of een combinatie daarvan het probleem benadert van de onderhavige uitvinding, dat wil zeggen het verschaffen van een verbeterd polyestervezel bevattend textielmateriaal, dat meer

ondoorzichtig is gemaakt voor passage van licht, waarbij het toegevoegde materiaal voor het verbeteren van de ondoorzichtigheid aan het substraat gebonden worden zonder noodzaak van een hechtend bindmiddel als het primaire middel
5 voor het binden van de deeltjes aan het oppervlak van het textielmateriaal en toch tamelijk duurzaam is ten opzichte van herhaalde was- en chemisch reinigen behandelingen en verenigbaar met andere textielaafwerkingsbehandelingen. Zeer belangrijk is dat relatief grote hoeveelheden pigment aan
10 het textielsubstraat kunnen worden toegevoegd zonder een resulterende ruwe hantering.

Het is een oogmerk van de onderhavige uitvinding een polyestervezel bevattend textielmateriaal te verschaffen met een verbeterde ondoorzichtigheid en een werkwijze te
15 verschaffen voor de vervaardiging daarvan.

Een ander oogmerk van de onderhavige uitvinding is het verschaffen van een verbeterd polyestervezel bevattend textielmateriaal, dat meer ondoorzichtig is voor lichttransmissie en dat goede hanteringseigenschappen heeft en een
20 werkwijze voor de vervaardiging daarvan.

Nog een ander oogmerk van de onderhavige uitvinding is het verschaffen van een werkwijze voor het hechten van titaandioxide aan een polyester-textielmateriaal uit een bad bij afwezigheid van een bindmiddel als het primaire middel
25 van adhesie en produkten verkregen met een dergelijke werkwijze.

Weer een ander oogmerk van de onderhavige uitvinding is het verschaffen van een verbeterde werkwijze voor het uitputten van titaandioxide op een polyester-textielmateriaal
30 voor het verbeteren van de ondoorzichtigheid van het materiaal zonder nadelig de hantering van het materiaal te beïnvloeden en het verschaffen van verbeterde produkten verkregen met deze werkwijze.

Een verder oogmerk van de onderhavige uitvinding is het
35 verschaffen van een polyestervezel bevattend textielmateriaal, dat niet alleen verbeterde ondoorzichtigheidseigenschappen heeft op basis van een toegevoegde eenheid titaandioxide in vergelijking met bekende produkten, maar dat ook gemakkelijker te reinigen is en dat de aanwezigheid van vuil op het
40 maaksel "verbergt".

800 28 47

In het algemeen gesproken heeft de onderhavige uitvinding betrekking op een polyestervezel bevattend textielmateriaal met verbeterde ondoorzichtigheid en hanteringseigenschappen, gekenmerkt door een polyestervezel bevattend substraat, waarvan de textielvezels bedekt zijn met titaandioxidedeeltjes met een gemiddelde deeltjesgrootte van ten minste ongeveer $0,18\text{ }\mu\text{m}$ in een hoeveelheid tot ongeveer 20 gew.%, terwijl de duurzaamheid van de binding van de deeltjes aan de textielvezels bij afwezigheid van een bindmiddel als het primaire bindmiddel zodanig is, dat ten minste ongeveer 50 % van de deeltjes aan het oppervlak gebonden blijven van de textielvezels na vijf genormaliseerde wasbehandelingen volgens de standaarduitvoering van de American Association of Textile Chemists and Colorists (hierna aangeduid als AATCC). Voorts zullen volgens de uitvinding en zoals kan worden waargenomen op de bijgevoegde foto's, de deeltjes op het textielmateriaal zodanig zijn afgezet, dat geen wezenlijk aantal agglomeraten van de deeltjes tussen de textielvezels worden gevormd.

De onderhavige uitvinding heeft eveneens betrekking op een verbeterde werkwijze om een polyestervezel bevattend textielmateriaal meer ondoorzichtig te maken, gekenmerkt door de trappen van het maken van een water bevattende dispersie van titaandioxidepigment met een deeltjesgrootte van ten minste ongeveer $0,18\text{ }\mu\text{m}$, het in aanraking brengen van het textielmateriaal met de water bevattende dispersie onder roeromstandigheden en bij een pH beneden ongeveer 7,5, waarbij het pigment uit de dispersie wordt afgevoerd op het textielmateriaal en het daarna door warmte binden van het textielmateriaal.

Het polyester vezel bevattende textielmateriaal van de onderhavige uitvinding kan in garen- of filamentvorm, een geweven of gebreide maakselvorm, een vliesvorm of dergelijke zijn. Het textielmateriaal kan ten minste ongeveer 10 gew.%, bij voorkeur ten minste ongeveer 40 gew.% polyestervezels bevatten. Alle polyester-textielmaterialen, in het bijzonder 100 % getextureerde polyester, zijn bijzonder geschikt gebleken als textielsubstraten voor de produkten van de onderhavige uitvinding.

De titaandioxidedeeltjes van de onderhavige uitvinding

kunnen in pigmentvorm zijn, kunnen de rutiel of anatase kristallijne structuur bezitten en kunnen daarop aluminiumoxide of siliciumdioxide bekledingen dragen. De drijfveer van de onderhavige uitvinding is vanzelfsprekend het verschaffen van een polyester textielmateriaal met een verbeterde ondoorzichtigheid. Als zodanig dient de deeltjesgrootte van het titaandioxidepigment ten minste ongeveer 0,18 μ m te zijn, waarbij een verbeterd dekvermogen van het textielmateriaal eveneens samenvallend gerealiseerd wordt met de ondoorzichtigheidseigenschap. Dientengevolge dient het titaandioxide, geschikt voor toepassing volgens de onderhavige uitvinding, een voldoende deeltjesgrootte te hebben om een wit makend effect op het textielmateriaal op te wekken. Tot ongeveer 7 % titaandioxidedeeltjes betrokken op het textielmateriaalgewicht kunnen op het textielmateriaal worden aangebracht zonder enig wezenlijk "stuiven" en met een goede duurzaamheid ten opzichte van wassen en chemisch reinigen, zelfs bij afwezigheid van zelfs een ondergeschikte hoeveelheid van een vreemd hechtend bindmiddel. Hoeveelheden titaandioxide tot ongeveer 20 gew.% betrokken op het gewicht van het materiaal kunnen worden aangebracht met slechts gering "stuiven" in totale afwezigheid van een hechtend bindmiddel; en wanneer het gewenst is dergelijke grote hoeveelheden pigment te verschaffen, kan een ondergeschikte hoeveelheid bindmiddel, bijvoorbeeld ongeveer 2 gew.% of minder, worden aangebracht als een secundair bindmiddel om het "stuiven" zo klein mogelijk te maken of te elimineren en verder de duurzaamheid ten opzichte van wassen en chemisch reinigen te verbeteren.

De werkwijze van de onderhavige uitvinding is bij voorkeur gericht op het dispergeren van titaandioxidepigment in een water bevattend milieu met een basische pH, waarbij de dispersie stabiel blijft bij afwezigheid van roerbehandeling. Het polyestervezel bevattende textielmateriaal wordt in aanraking gebracht met de water bevattende dispersie met een relatieve roerbehandeling tussen de dispersie en het textielmateriaal. Nadat het textielmateriaal onder roeromstandigheden in de dispersie^{is}, wordt de pH van de dispersie geleidelijk verminderd tot een waarde beneden ongeveer 7,5, op welk punt het pigment uit de dispersie begint te worden

afgevoerd op het textielmateriaal. Voltooing van de afvoer van het pigment uit het bad wordt bewezen door het helder worden van het bad.

Terwijl bij de voorkeursuitvoeringsvorm van de werkwijze de pH van de dispersie geleidelijk kan worden verlaagd met elk middel, bijvoorbeeld door geregelde toevoeging van zuur of de in situ opwekking van zuur, wordt bij voorkeur een zuur voortbrengende verbinding toegevoegd aan de dispersie, die enig middel van buiten voor het opwekken van het zuur vereist. Toepassing van zuur ontwikkelende verbindingen maakt een meer veilige werkwijze mogelijk met een betere regeling van de pH verlaging van het bad. In een situatie, die het meest de voorkeur verdient, is een zuur ontwikkelend produkt, zoals butyrolacton, in de dispersie opgenomen, dat bij verhitting zuur ontwikkelt en de pH van de dispersie geleidelijk verlaagt.

Bij een uitvoeringsvorm, die het meest de voorkeur verdient, wordt titaandioxidepigment met een deeltjesgrootte van ongeveer $0,2\mu\text{m}$ gedispergeerd in een water bevattend milieu met een alkali om ongeveer 5 % titaanoxide betrokken op het gewicht van het textielmateriaal en een pH van het bad van ongeveer 9 teweeg te brengen. Het textielmateriaal wordt vervolgens met de dispersie in aanraking gebracht onder continu relatieve roeromstandigheden en butyrolacton, kleurstof en kleurstof-hulpprodukten worden aan het bad toegevoegd. De temperatuur van het bad wordt vervolgens geleidelijk verhoogd met een snelheid van ongeveer $1,67^{\circ}\text{C}$ per minuut tot ongeveer 130°C , waarbij de pH van de dispersie geleidelijk verlaagd wordt tot ongeveer 4,7. Als het zuur is voortgebracht en de pH is verlaagd tot ongeveer 7,5, begint het titaandioxide uit te trekken op het textielmateriaal. Na het bereiken van een pH van 4,7 en een badtemperatuur van 130°C wordt de dispersie doorzichtig, hetgeen erop wijst dat het titaandioxide daaruit vrijwel volledig is uitgetrokken. Het textielmateriaal met daarop het titaandioxide wordt vervolgens uit het bad verwijderd, gespoeld, gedroogd en met warmte gebonden. Het titaandioxide is voor alle praktische doeleinden duurzaam aan het textielmateriaal gebonden, zelfs bij de afwezigheid van bijkomend hechtend bindmiddel als het primaire bindingsmiddel. Het tex-

tielmateriaal wordt derhalve meer ondoorzichtig gemaakt bij
 een benaderde opname van bijvoorbeeld 5 gew.% titaandioxide
 met weinig verandering bij het hanteren van het maaksel. Het
 textielmateriaal kan vervolgens verder worden verwerkt om
 5 het materiaal vuilwerend, kreukwerend of dergelijke te ma-
 ken zonder enige nadelige verandering in de houdbaarheid
 van het titaandioxide daarop. Het zal ook duidelijk zijn,
 dat hoewel geen bijkomende hechtende bindmiddelen vereist
 zijn voor het verschaffen van een duurzame binding, onder-
 10 geschikte hoeveelheden, bijvoorbeeld ongeveer 2 gew.% of
 minder van een bijkomend hechtend bindmiddel op het mate-
 riaal kan worden aangebracht om verder de duurzaamheid van
 de binding van de deeltjes aan het textielsubstraat te ver-
 groten. In het algemeen echter zal, zelfs wanneer een hech-
 15 tend bindmiddel wordt aangebracht, de vereiste hoeveelheid
 ondergeschikt zijn, zodat de hantering van het materiaal
 niet zodanig nadelig beïnvloed kan worden, dat het materiaal
 ongewenst wordt voor de beoogde toepassingen ervan.

Het polyestervezel bevattende textielmateriaal van de
 20 onderhavige werkwijze kan gekenmerkt worden als ongeveer
 tweemaal zo ondoorzichtig als onbehandelde controle-mate-
 rialen. Bijvoorbeeld worden onder toepassing van een kleur-
 verschilmeter volgens Hunter monsters op reflectie (L waarde)
 gemeten boven zowel een witte als een zwarte achtergrond,
 25 en wordt vervolgens de ondoorzichtigheid uitgedrukt als het
 verschil in L waarden (ΔL). Een volledig transparant mon-
 ster vertoont een ΔL waarde van 100, terwijl een totaal
 ondoorzichtig monster een ΔL waarde van 0 vertoont. Dien-
 tengevolge vertonen polyestervezel bevattende materialen
 30 behandeld volgens de onderhavige werkwijze ongeveer de helft
 van de ΔL van het onbehandelde controle-materiaal. Omdat de
 titaandioxidedeeltjes gebonden zijn aan het materiaalopperv-
 vlak bij afwezigheid van een bindmiddel als het primaire
 bindingsmiddel, wordt de verbeterde ondoorzichtigheid bewerk-
 35 stelligd zonder nadelige beïnvloeding van de hanteringsei-
 genschappen van het materiaal.

In het algemeen is vastgesteld, dat de titaandioxide-
 deeltjes van het textielmateriaalprodukt van de onderhavige
 uitvinding ongeveer 2 tot ongeveer 80 %, bij voorkeur onge-
 40 veer 10 tot ongeveer 40, van het oppervlak van het textiel-

materiaal zullen bekleden. De bekleding kan kwantitatief worden bepaald op basis van onderzoek van elektron microfoto's van een textielmateriaal. Wanneer geen deeltjes gevonden zijn op het oppervlak en het oppervlak is praktisch
 5 vrij van pigmentdeeltjes is de mate van de bekleding 0. Wanneer het textielmateriaal volledig bedekt is met deeltjes en niet langer vezelsubstraat zichtbaar is op een elektron microfoto is de mate van bekleding 100, hoewel als praktische zaak een dergelijk hoog niveau van bekleding
 10 waarschijnlijk niet vereist zal zijn in een textielmateriaalprodukt. Op soortgelijke wijze is, wanneer ongeveer de helft van het vezelsubstraat zichtbaar is op een microfoto, de mate van de bekleding 50 % enzovoort.

In het algemeen vertonen de produkten van de onderhavige uitvinding een aanzienlijk verbeterde bedekking in vergelijking met de bekende produkten op basis van dezelfde gewichtshoeveelheid titaandioxide, aangebracht op het oppervlak van het produkt. Deze verbetering, die tamelijk verrassend is, wordt bereikt, zoals wordt gedacht, omdat de
 15 pigmentdeeltjes in het algemeen veel meer gelijkmatig verdeeld zijn over het oppervlak van het textielmateriaal van de onderhavige uitvinding dan bij bekende textielprodukten. Terwijl deze gelijkmatige verdeling moeilijk te kwantificeren of zelfs verbaal te beschrijven is, is deze tamelijk
 20 duidelijk zichtbaar, zoals blijkt uit de naast elkaar vergelijking, die in de bijgevoegde microfoto's is gegeven. Zo illustreren de fig. 1 - 3 vergrotingen van de produkten van de uitvinding van 470 x, 950 x en 1900 x onder toepassing van de werkwijze en onder toepassing van dezelfde materialen uiteengezet in voorbeeld I, behalve dat het pigment
 25 Titanox 1070 was, vervaardigd door NL Industries. De gelijkmatige verdeling van de deeltjes over het oppervlak van het textielmateriaal is tamelijk duidelijk^{en}/is zelfs duidelijker indien vergeleken met fig. 4, die de foulardeertechniek volgens de stand der techniek toelicht onder toepassing van hetzelfde pigment met ongeveer 5 % titaandioxide aangebracht betrokken op het gewicht van het maaksel. Het pigment werd gefoulardeerd, gedroogd en gehard. Fig. 4, die ongeveer dezelfde vergroting heeft als fig. 1, laat zien,
 35 dat er een aanzienlijke hoeveelheid agglomeratie van de

deeltjes is, en deze agglomeratie is bijzonder duidelijk bij de grensvlakken van de vezels met elkaar. Daarentegen is in de fig. 1 tot 3 de agglomeratie van de deeltjes geminimaliseerd met de gemiddelde agglomeraat-grootte kleiner dan ongeveer 25 primaire deeltjes. Terwijl de fig. 1 tot 3 illustraties zijn van produkten vervaardigd in het laboratorium onder ideale omstandigheden, zoals in het produkt toegelicht in fig. 4, wordt zelfs onder produktie-omstandigheden agglomeratie van de deeltjes op het oppervlak van de produkten van de uitvinding (toegelicht in de fig. 4 en 5 bij vergrotingen van 950 x en 1900 x) bepaald geminimaliseerd met gemiddelde agglomeraat-grootten, die in het algemeen kleiner zijn dan ongeveer 50 primaire deeltjes per agglomeraat, hoewel enigszins grotere gemiddelde agglomeraat-grootten kunnen worden waargenomen bij bepaalde toepassingen. Ook kan de gemiddelde agglomeraat-grootte variëren afhankelijk van de definitie van wat een agglomeraat vormt. In elk geval wordt gedacht, dat het "minimalisering van agglomeratie" kenmerk van de onderhavige uitvinding zeer duidelijk is op basis van visuele waarneming van de bijgevoegde microfoto's. Minimalisering van agglomeratie blijft voorts over als een kenmerk van het produkt, zelfs na daaropvolgende afwerking, zoals toegelicht in de fig. 7 en 8 bij vergrotingen van 450 x en 1900 x.

Naast de verbeterde bedekkings-, ondoorzichtigheids- en hanteringseigenschappen van de produkten van de onderhavige uitvinding is, wellicht het meest belangrijk, waargenomen, dat de titaandioxidedeeltjes van de onderhavige uitvinding zeer duurzaam gebonden zijn aan het oppervlak zelfs bij afwezigheid van een bindmiddel als het primaire bindingsmiddel, hoewel ondergeschikte hoeveelheden van een bijkomend hechtend bindmiddel aanwezig kunnen zijn in het produkt als een secundair bindmiddel, indien gewenst. Aanvraagsters zijn niet in staat gebleken nauwkeurig te bepalen hoe een dergelijke doelmatige duurzame binding wordt tot stand gebracht, en het is voldoende vast te stellen, dat de deeltjes duurzaam gehecht zijn aan het oppervlak van het textielmateriaal. Derhalve is de binding, die gevormd is, duurzaam bij afwezigheid van een bindmiddel als het primaire bindmiddel en deze duurzaamheidseigenschap kan gemeten wor-

den door de textielprodukten te onderwerpen aan genormaliseerde AATCC wasproeven. Deze genormaliseerde AATCC wasproef is beschreven in Method 130, Procedure 2, of the Technical Manual of the American Association of Textile Chemists and Colorists, Vol. 53, blz. 253 (1978 ed.), en is voor de deskundige op het gebied van de textieltechniek bekend. Terwijl aangenomen zal worden, dat de duurzaamheid van de binding zal afhangen van factoren zoals de aanvankelijk aangebrachte hoeveelheid TiO_2 , de methode van aanbrengen, de substraatsamenstelling en de aanwezigheid op het materiaal van bindmiddelen en andere toevoegsels, kunnen de produkten van de onderhavige uitvinding in het algemeen gekenmerkt worden, doordat ten minste ongeveer 50 gew.%, bij voorkeur ongeveer 70 gew.% of meer, van de titaandioxide-deeltjes gebonden blijven op het oppervlak van de textielvezels na vijf genormaliseerde AATCC wasproeven. Bij bepaalde toepassingen, die de voorkeur verdienen, kan de duurzaamheid van de binding zelfs groter zijn, bijvoorbeeld ongeveer 80 % of zelfs meer na vijf AATCC wasproeven.

De textielmateriaalprodukten van de onderhavige uitvinding kunnen verder gekenmerkt worden door bepaalde extra doelmatige eigenschappen in een textielprodukt. Bijvoorbeeld vertonen de produkten in het algemeen verbeterde "vlakke droog" eigenschappen in vergelijking met bekende produkten, waarbij een bindmiddel in het algemeen is toegepast als het primaire middel voor het binden van de deeltjes op het textielmateriaal. De produkten van de onderhavige uitvinding vertonen eveneens verbeterde door capillaire werking vocht absorberende eigenschappen in vergelijking met bekende produkten. De vuilloze eigenschappen van de produkten van de onderhavige uitvinding zijn eveneens opmerkelijk verbeterd door toepassing van elk van de bekende vuillosmiddelen in vergelijking met bekende produkten van hetzelfde type, waar een bindmiddel is toegepast, aangezien de eigenschappen van de meeste of alle bekende bindmiddelen in het algemeen nadelig zijn vanuit het standpunt van vuillossing.

Voorkeursuitvoeringsvormen van de werkwijze van de onderhavige uitvinding zullen nu gedetailleerd beschreven worden. In de context van de onderhavige uitvinding kunnen polyestervezel bevattende textielmaterialen, die behandeld

kunnen worden voor het verschaffen van een produkt met een verbeterde ondoorzichtigheid, een gesponnen garen, een ge-extrudeerd filament, een weefsel, een breisel, een vlies of dergelijke zijn. Het ligt voor de hand, dat in de zin van
 5 strengen, zoals gesponnen garens of geëxtrudeerde filamenten, ondoorzichtigheid als zodanig duidelijk zal zijn en zal worden overgebracht naar een daaruit gevormd substraat, bijvoorbeeld door weven, breien, vezelvliestechnieken of dergelijke. Geëxtrudeerde filamenten als zodanig of in maaksel
 10 of vliesvorm, kunnen een ronde dwarsdoorsnede hebben, of kunnen bij voorkeur een niet ronde dwarsdoorsnede bezitten, zoals multilobaal, en zijn bij voorkeur getextureerd.

De uitdrukking "getextureerd" verwijst naar een overigens glad, continu filamentachtig garen, dat gekrompen,
 15 gelust, gewikkeld of gekringeld is volgens elk van ten minste een dozijn bekende technieken om verbeterde eigenschappen daaraan te verlenen, zoals rek, grote massa, groter absorberend vermogen en/of verbeterde hantering. De getextureerde garens van de uitvinding, die het meest de voor-
 20 keur verdienen, zijn de garens vervaardigd door vals twijnen van het garen van elk van de bekende en gebruikte rek-garenmachines van het valse twijntype, zoals die vervaardigd door ARCT, Barmag, Berliner, Davide, Guidici en andere. Onder de vele voordelen van maakfels vervaardigd uit getex-
 25 tureerde garens, in het bijzonder polyester-garens, zijn de voordelen, dat zij enkele van de eigenschappen van maakfels vervaardigd uit gesponnen garens simuleren en bepaalde bijkomende doelmatige eigenschappen verschaffen, zoals een verbeterde bestandheid tegen pillen en kreuken, een beter vorm-
 30 behoud, een grotere duurzaamheid en een meer gelijkmatig uiterlijk.

In de context van de onderhavige uitvinding betekent de uitdrukking polyestervezel elke polymere ester, die geëxtrudeerd is tot een filamentachtige vorm. Doelmatig is de poly-
 35 ester het reactieprodukt van een dicarbonzuur, of ester vormend derivaat daarvan en een glycol, bijvoorbeeld dimethyltereftalaat en ethyleenglycol, die gecondenseerd zijn tot een polymeer van de glycolester van het dicarbonzuur. Een dergelijke polyester kan ook andere bestanddelen bevat-
 40 ten om de daaruit geëxtrudeerde filamenten geschikt te ma-

ken voor een basische verving, om anti-statische eigenschappen, vlamvertragende eigenschappen of dergelijke te verlenen.

Bij de toepassing dient het titaandioxide, zoals hiervoor aangegeven, een gemiddelde deeltjesgrootte te bezitten
 5 van ten minste ongeveer $0,18\text{ }\mu\text{m}$, een goede dispersie kan bereikt worden onder alkalische omstandigheden, die stabiel zal blijven gedurende langere tijdsperioden. Aangezien de pH van de dispersie veranderd wordt tot de zure kant, begint het titaandioxide uit de dispersie uit te trekken. Geleidelijke verlaging van de pH van de dispersie geeft een tamelijk
 10 gelijkmatige aanbrenging van titaandioxide op het textielmateriaal. Feitelijk was het totaal verrassend vast te stellen, dat relatief grote hoeveelheden titaandioxide uitgetrokken kunnen worden op het textielmateriaal volgens de onderhavige technieken, terwijl een goede materiaalhantering
 15 voor het kledinggeindgebruik behouden blijft. Eveneens was het verrassend vast te stellen, dat het pigment houdbaar is ten opzichte van herhaalde wasbehandelingen en chemisch reinigingsbehandelingen zonder gebruik van hechtende bindmiddelen als het primaire middel voor het binden van de deeltjes
 20 aan het oppervlak van het textielmateriaal.

Wanneer een begindispersie een zure pH heeft, is roeren vereist om een geschikte dispersie-stabiliteit te handhaven. Eveneens lijkt de gelijkmatigheid van afzetting van
 25 het titaandioxidepigment minder, dan wanneer de aanvankelijke dispersie een basische pH heeft.

Terwijl gebondenheid aan een of andere bijzondere theorie niet gewenst wordt, wordt verondersteld, dat het titaandioxidepigment uit de dispersie begint uit te trekken
 30 bij het isoelektrische punt ervan, waarbij de elektrische lading van de titaandioxidedeeltjes van negatief tot positief verandert. In elk geval begint, wanneer de pH van de dispersie ongeveer 7,5 of lager wordt, de uittrekking. Een geleidelijke verlaging van de pH van de dispersie maakt het
 35 mogelijk het pigment te doen hechten aan het textielmateriaal, naarmate het uit de dispersie uittrekt met weinig of geen pigment-precipitatie uit het bad. Een te snelle vermindering van de pH belemmert de gelijkmatige aanbrenging van pigment op het substraat en heeft de neiging de stabiliteit van de
 40 dispersie te vernietigen.

Een geschikte dispersie van titaandioxidepigment in water kan verkregen worden volgens elke geschikte methode. Bijvoorbeeld kan voor de voorkeursuitvoeringsvorm het pigment vooraf gedispergeerd worden in een verdunde alkalische oplossing of kan direkt worden toegevoegd aan het alkalische water bevattende milieu. Tot geschikte alkalische produkten behoren zonder beperking ammoniumhydroxide, natriumhydroxide en dergelijke. Daarna zal de roerbehandeling het pigment in het milieu dispergeren, zoals blijkt door een melkachtig uiterlijk en de dispersie zal stabiel blijven. Volgens de onderhavige uitvinding kan de hoeveelheid titaandioxidepigment in de dispersie in een traject van ongeveer 1,0 tot ongeveer 20 gew.% zijn betrokken op het gewicht van het te behandelen textielmateriaal en bij voorkeur ongeveer 3 tot ongeveer 7 %. Tot 7 % titaandioxide, betrokken op materiaalgewicht, is aan een textielmateriaal toegevoegd zonder "stuiven" en met een goede duurzaamheid tegen wassen en chemisch reinigen. In een dergelijke geest zijn hoeveelheden van ongeveer 20 % betrokken op materiaalgewicht toegevoegd met slechts weinig "stuiven".

Tijdens de uitvoering van de onderhavige uitvinding is het zeer gewenst een continue relatieve beweging te handhaven tussen de dispersie en het textielmateriaal. Een dergelijke beweging kan tot stand worden gebracht door continu roeren van de dispersie of beweging van het textielmateriaal, of beide. Aangezien, zoals hiervoor vermeld, de onderhavige werkwijze verenigbaar is met verfbehandelingen, kan de werkwijze worden uitgevoerd in technische verfapparatuur, zoals een straal-koord-apparaat, waarin het textielmateriaal gehanteerd wordt in koordvorm, geroerd door een waterstraal of dergelijke.

Wanneer het substraat eenmaal in aanraking is met de dispersie kan de pH vervolgens verlaagd worden om de uittrekking te bevorderen. Terwijl elke techniek toegepast kan worden voor het verlagen van de pH van de dispersie, dient, zoals hiervoor vermeld, de val geleidelijk te zijn. Een zuur, bijvoorbeeld azijnzuur, kan langzaam aan de dispersie worden toegevoegd om de pH te verlagen. Bij een pH boven 4 verdient het de voorkeur de dispersie te verwarmen voor een volledige uittrekking, terwijl een pH van 4 of lager een volledige

uittrekking van het titaandioxide zal plaats hebben bij omgevingstemperatuur.

Een voorkeurstechiek echter voor het regelen van de pH van de dispersie is de toevoeging van een zuur ontwikkelende verbinding, die, indien onderworpen aan een vooraf bepaalde toestand, zoals de toepassing van warmte, een zuur zal vrijmaken, dat op zijn beurt de pH van de dispersie verlaagt. Butyrolacton, een verbinding, die op de markt gebracht wordt door Sandoz Chemical Company onder de naam SANDACID V is een zuur ontwikkelende verbinding, die de voorkeur verdient. Temperatuurverhoging wordt geregeld om de zuurontwikkeling te beperken en daardoor de geleidelijke verlaging van de pH te bereiken.

Hoewel geen bestanddelen essentieel zijn voor de uitvoering van de onderhavige werkwijze anders dan die om het titaandioxide te dispergeren in het water bevattende milieu en een middel voor het regelen van de pH van de dispersie, kunnen andere bestanddelen in de dispersie zijn opgenomen, zolang deze niet de uittrekking van het titaandioxide, de hantering van het materiaal voor het beoogde gebruik, de duurzaamheid van de behandeling of dergelijke nadeling beïnvloeden. Zonder beperking behoren tot verdere bestanddelen, die al of niet aanwezig kunnen zijn in vrij grote hoeveelheden kleurstoffen, kleurstofdragers, egaliseermiddelen, smeermiddelen, geleringsmiddelen, optische bleekmiddelen, bindmiddelen in een ondergeschikte hoeveelheid en dergelijke. Op dergelijke wijze kan, na het verbeteren van de ondoorzichtigheid of het bedekken van een textielmateriaal volgens de werkwijze van de onderhavige uitvinding, het textielmateriaal daarna behandeld worden om kreukbestendige eigenschappen, vuilbestendige eigenschappen, vlamvertragende eigenschappen en dergelijke daaraan te verlenen. In feite kan de onderhavige werkwijze gelijktijdig worden uitgevoerd met een vuil lossende of vuil resistente behandeling, hoewel dit niet de voorkeur verdient.

In het algemeen heeft, hetzij de aanvankelijke dispersie alkalisch hetzij zuur is, uittrekking van het titaandioxide plaats bij een pH van beneden ongeveer 7,5. Zoals hiervoor vermeld maakt een werkwijze, die de voorkeur verdient, gebruik van een aanvankelijk alkalische dispersie,

waarvan de pH geleidelijk verminderd wordt tot de zure kant. Een dergelijke werkwijze geeft een zeer gelijkmatige afzetting van titaandioxide op het substraat. Bij voorkeur valt, of aanvankelijk het milieu alkalisch of zuur is, de pH van
 5 de dispersie tijdens de uittrekking in een traject van ongeveer 6 tot ongeveer 3, waarbij een voorkeurstraject ongeveer 5 tot ongeveer 4 is.

Terwijl het titaandioxide, aangebracht op het polyester-textielmateriaal, duurzaam is zonder andere bestanddelen,
 10 zal een daaropvolgende aanbrenging van kreukbestendige chemicaliën, vuilbestendige chemicaliën, of zoals hiervoor vermeld een ondergeschikte hoeveelheid van een bijkomend hechtend bindmiddel en dergelijke, een verdere duurzaamheid toevoegen. Eveneens kan het polyester-textielmateriaal door
 15 warmte worden verstijfd nadat het titaandioxide is toegevoegd voor een verdere verbetering van de duurzaamheid. Verstijving door warmte zal bijvoorbeeld een aanzienlijk grotere hoeveelheid titaandioxide op het substraat doen vasthouden na herhaalde wasbehandelingen en chemisch reinigings-
 20 behandelingen. Gewoonlijk wordt deze verstijving door warmte uitgevoerd door het materiaal te onderwerpen aan een temperatuur in een traject van ongeveer 150°C tot ongeveer 205°C gedurende een verblijftijd van ongeveer 5 seconden tot ongeveer 2 minuten. Zoals hiervoor vermeld kan, terwijl een
 25 bijkomend hechtend bindmiddel gewoonlijk niet vereist is voor het voortbrengen van een produkt met een goede duurzaamheid, een ondergeschikte hoeveelheid, bijvoorbeeld ongeveer 2 gew.% of minder van een hechtend bindmiddel, waar gewenst op het materiaal worden aangebracht.

30 Voorbeeld I

Een stuk 100 % getextureerd polyesterweefsel werd in een laboratorium-verfinrichting volgens Mathis type JF gebracht. Vervolgens werd water aan het verfapparaat toegevoegd bij een temperatuur van 26,7°C, geschikt om een bad
 35 tot weefsel gewichtsverhouding van 30 : 1 te geven, en de roerbehandeling werd begonnen. Titaandioxidepigment (TI-Pure 960 vervaardigd door DuPont) was vooraf gedispergeerd in een verdunde oplossing van ammoniumhydroxide gedurende 5 minuten in een menginrichting volgens Waring. Daarna werd de titaan-
 40 dioxide-ammoniumhydroxide-dispersie aan het water bevattende

bad in het verfapparaat toegevoegd tot een hoeveelheid pigment, die 5 % van het gewicht van het weefsel is en de pH van het bad bedroeg 9,0. Na nogeens 5 minuten roeren werd butyrolacton (SANDACID V vervaardigd door Sandoz Chemical Company) aan de dispersie toegevoegd in een hoeveelheid van 3 % betrokken op het weefselgewicht. De temperatuur van de dispersie werd vervolgens opgevoerd met een snelheid van 1,67°C per minuut tot een temperatuur van 130°C. De temperatuur van 130°C werd 5 minuten aangehouden, waarna het bad tot 70°C werd gekoeld. De pH van het bad bedroeg bij meting 4,7 en het bad vertoonde een doorzichtigheid, hetgeen wees op uittrekking van het pigment. Het weefsel werd vervolgens uit het bad verwijderd, eenmaal gespoeld, gedroogd en met warmte verstijfd bij een temperatuur van 177°C gedurende 1 minuut. Het behandelde weefsel vertoonde een aanzienlijk verbeterde ondoorzichtigheid in vergelijking met een controle-weefsel, dat op soortgelijke wijze was behandeld zonder aanwezigheid van het titaandioxide-pigment. Gewichts-analyse gaf aan, dat 95 % van het titaandioxide uitgetrokken was uit de dispersie op het weefsel. De verbeterde ondoorzichtigheid bleef na herhaalde wasbehandelingen en chemisch reinigingsbehandelingen, wat een duurzaamheid bewees. Ongeveer 70 % van de titaandioxidedeeltjes bleef achter na vijf wasbehandelingen volgens AATCC.

25 Voorbeeld II

Een stuk 100 % getextureerde polyesterweefsel werd in een beker met koud water geplaatst met een water tot weefselverhouding van 30 : 1 en geroerd. Vervolgens werd ammoniumhydroxide aan het bad toegevoegd om de pH van het bad op 10,0 te brengen. Titaandioxide-pigment werd daarna aan het bad toegevoegd in een hoeveelheid, die equivalent was aan 7 % betrokken op het gewicht van het weefsel (deeltjesgrootte 0,22 µm). De roerbehandeling werd 5 minuten voortgezet, waarna de pH van het bad werd ingesteld op 4,0 door voortgezette geleidelijke toevoeging van azijnzuur. De temperatuur van het bad werd vervolgens geleidelijk tot 100°C verhoogd. Bij een temperatuur van ongeveer 70°C werd een merkbare uittrekking van het titaandioxide-pigment vastgesteld. Na 15 minuten bij 100°C was het bad doorzichtig, hetgeen wees op een vrijwel volledige uittrekking van het

800 28 47

titaandioxide. Het weefsel werd uit het bad verwijderd, gedroogd en verduurzaamd bij een temperatuur van 182°C gedurende 30 seconden en gewogen, waarna werd vastgesteld, dat 95 % van het titaandioxide-pigment op het weefsel was uitgetrokken. Het weefsel vertoonde een verbeterde ondoorzichtigheid, die duurzaam was ten opzichte van wasbehandelingen en chemisch reinigingsbehandelingen. Vrijwel geen "stuiven" werd waargenomen en een goede weefselhantering was duidelijk. Ongeveer 70 % van de titaandioxidedeeltjes bleef achter na vijf wasbehandeling volgens AATCC.

Voorbeeld III

De methode van voorbeeld II werd herhaald met de uitzondering, dat de temperatuur van het bad op omgevingsomstandigheden werd gehouden. Opnieuw trok vrijwel al het titaandioxide uit op het textielweefsel en een verbeterde, blijvende ondoorzichtigheid resulteerde, hoewel een langere tijdsperiode vereist was voor een volledige uittrekking. Ongeveer 60 % van de titaandioxidedeeltjes bleef achter na vijf wasbehandeling volgens AATCC.

Voorbeeld IV

Getextureerd polyesterweefsel werd verwerkt zoals beschreven in voorbeeld I. Het verwerkte monster werd vervolgens gewaardeerd tezamen met een onbehandelde controleproef voor het bepalen van de oorspronkelijke ondoorzichtigheid ervan en de duurzaamheid van de ondoorzichtigheid na herhaalde wasbehandelingen bij 49°C gedurende 5 minuten. De ondoorzichtigheid werd bepaald met een kleurverschilmeter volgens Hunter, zoals hiervoor beschreven. De waarde voor ΔL geeft de ondoorzichtigheidsgraad aan, variërend van 0 voor een totale ondoorzichtigheid tot 100 voor een volledige transparantie. De resultaten zijn samengevat in tabel A.

Tabel A

Ondoorzichtigheid van getextureerde polyesterweefsels

	onbehandelde controle	TiO ₂ op weefsel, verduurzaming met warmte
Initiële ondoorzichtigheid, ΔL	14,2	5,8
na 1 wasbehandeling, ΔL	14,0	6,7
na 5 wasbehandelingen, ΔL	14,0	6,8
na 10 wasbehandelingen, ΔL	13,9	7,0
na 20 wasbehandelingen, ΔL	13,9	7,0
na 50 wasbehandelingen, ΔL	13,9	7,3

800 28 47

Voorbeeld V

Weefselmonsters, verwerkt zoals uiteengezet in voorbeeld I, waarvan bepaalde niet met warmte waren verduurzaamd, werden onderworpen aan vijf huishoudelijke wasbehandelingen, gedurende welke de titaandioxide-telling intermitterend werd gecontroleerd om verder de duurzaamheid van het titaandioxyde op het substraat vast te stellen. De resultaten zijn in tabel B aangegeven.

Tabel B

Monster	TiO ₂ telling		
	begin	na 1 wasbehandeling	na 5 wasbehandelingen
met warmte verduurzaam	684	542	420
niet met warmte verduurzaam	765	282	177

De titaandioxide-telling geeft de hoeveelheid titaandioxide op het substraat aan en is een maatstaf van intensiteit, gecorrigeerd voor achtergrond in tellingen per seconde bepaald door röntgenstraal-fluorescentie. Er wordt dus vastgesteld, dat de duurzaamheid vergroot wordt door verduurzaming met warmte en met de verduurzaming met warmte blijven merkbare hoeveelheden titaandioxide achter na herhaalde wasbehandelingen.

Voorbeeld VI

Getextureerd 100 % polyester werd verwerkt zoals beschreven in voorbeeld I, met de uitzondering, dat het weefsel slechts werd gedroogd en niet met warmte werd verduurzaam. Daarna werd het weefsel met het titaandioxide erop, gefoulardeerd met een emulsie, die een copolymeer van methylacrylaat : acrylzuur (70 : 30) bevatte, om 0,3 % vaste stoffen van het copolymeer op basis van het weefselgewicht te geven. Het weefsel werd vervolgens gedroogd en 1 minuut bij 177°C met warmte verduurzaam. Een goede duurzame bedekking bleek aanwezig te zijn op het weefsel tezamen met goede vuil lossende eigenschappen. Ongeveer 70 % van de titaandioxidedeeltjes bleven achter na vijf wasbehandelingen volgens AATCC.

Voorbeeld VII

Voorbeeld I werd herhaald met de uitzondering, dat een rose gedispergeerde kleurstof eveneens in het bad werd opge-

nomen voor het verkrijgen van 0,1 % kleurstof betrokken op weefselgewicht. Het weefsel vertoonde een verbeterde ondoorzichtigheid zoals bijvoorbeeld I en was met een gelijkmatig rose kleur geverfd. Het weefsel werd onderworpen aan her-
 5 haalde was- en chemisch reinigingsbehandelingen en was duurzaam zowel voor wat betreft de kleuregalisering als de dekking.

Voorbeeld VIII

Zoals hiervoor vermeld, is het bekend, dat titaanzouten gebruikt kunnen worden in dispersies, die worden aangebracht op textielmaterialen, zoals celluloseacetaat, rayon en dergelijke om deze te ontglanzen. Bij dergelijke uitrektechnieken, die de meest nabij gelegen stand der techniek, bekend aan aanvraagsters, voorstellen op het tijdstip van
 15 indiening van de aanvraag, is de deeltjesgrootte van het titaandioxide in het algemeen $0,1\text{ }\mu\text{m}$ of kleiner. Voorts vertonen de produkten van de onderhavige uitvinding merkbaar verbeterde fysische eigenschappen in vergelijking met produkten verkregen volgens bekende uittrektechnieken en tabel
 20 C licht de nieuwe eigenschap van de produkten van de onderhavige uitvinding toe (zie kolom 2) in vergelijking met een controle-monster van hetzelfde weefselsubstraat, waarop geen titaandioxidedeeltjes zijn aangebracht (kolom 1). Dezelfde methode werd gevolgd voor de vervaardiging van het monster
 25 toegelicht in kolom 2, dat is uiteengezet in voorbeeld I, behalve dat het toegepaste pigment Titanox 1070 was, een anatase produkt vervaardigd door NL Industries. Een monster van hetzelfde weefsel behandeld volgens een bekende uittrektechniek, namelijk voorbeeld 1 van het Amerikaanse octrooischrift 2.309.294 (hierna aangeduid als "294 octrooi"),
 30 waarbij de titaandioxidedeeltjes van hetzelfde type als gebruikt voor de vervaardiging van het monster van kolom 2 werden uitgetrokken uit een bad, dat aluminiumformiaat bevatte, is toegelicht in kolom 3. Kolom 4 laat de fysische
 35 eigenschappen zien van hetzelfde substraat behandeld door foularden volgens de werkwijze van voorbeeld 2 van het "294 octrooi". Kolom 5 geeft de fysische eigenschappen van hetzelfde substraat opnieuw verwerkt volgens voorbeeld I, behalve dat het bad aluminiumsulfaat in plaats van aluminiumformiaat bevatte. In de tabel staat de aanduiding P
 40

voor slecht, F-G voor redelijk tot goed, G voor goed, VG voor zeer goed en E voor uitstekend.

Tabel C

Zonder vuil lossende afwerking

Produkt eigenschap- pen	Con- trole	Uit- vin- ding	294 no. 1 alumi- nium- formiaat	294 no. 2 gefou- lardeerd	294 no. 1 aluminium- sulfaat
bedekking	P	E	P	F-G	F
duurzaamheid van de bedekking	-	G	P	P	P
hantering	G	G	G	P	F-G
vocht transport	P	E	P	P	P
craquelé	-	VG	VG	P	P
agglomeratie	-	weinig	middel- matig	sterk	middel- matig
vuil verberging	P	G	P	F-G	F
% uittrekking	-	80	20	-	50

Voorbeeld IX

In dit voorbeeld werden dezelfde monsters, gebruikt
 5 in voorbeeld VIII en tabel C, alle gefoulardeerd volgens de
 methode in voorbeeld VI met een vuil lossende emulsie, die
 een copolymeer van methylacrylaat : acrylzuur (70 : 30),
 een geëthoxyleerd polyester en een smeermiddel (geethoxy-
 leerd oliezuur) bevat voor het verschaffen van 0,3 % co-
 10 polymeer vaste stoffen, 0,15 % geethoxyleerde polyester
 en 1,0 % smeermiddel betrokken op het weefselgewicht. De
 verkregen eigenschappen van de textielmaterialen zijn in
 tabel D uiteengezet.

Tabel D

Met vuil lossende afwerking

	Con- trole	"CUMULUS"	294 no. 1 alumi- nium- formiaat	294 no. 2 gefou- lardeerd	294 no. 1 alumi- nium- sulfaat
bedekking	P	E	P	F	F
duurzaamheid van de bedekking	-	G	P	P	P
hantering	G	G	G	P	F
vuil lossing	G	G	G	G	G
vocht transport	G	E	G	G	G
craquelé	-	VG	VG	P	P
agglomeratie	-	weinig	middel- matig	sterk	middel- matig
vuil verberging	P	G	P	F-G	F

Voorbeeld X

Voorbeeld I werd herhaald met een stuk 100 % gesponnen polyesterweefsel in plaats van getextureerd polyester. Het behandelde weefsel vertoonde een aanzienlijk verbeterde on-
 5 doorzichtigheid (ΔL waarde van 9,1) indien vergeleken met een controle-weefsel, dat op soortgelijke wijze was behan-
 deld zonder aanwezigheid van het titaandioxide-pigment (ΔL waarde van 18,3). De verbeterde ondoorzichtigheid bleef na herhaalde wasbehandelingen (ΔL waarde van 13,0 na
 10 vijf wasbehandelingen in vergelijking met de ΔL waarde van 18,2 voor het controle-weefsel).

Voorbeeld XI

Voorbeeld I werd opnieuw herhaald met een stuk 100 % filament (niet getextureerd) polyesterweefsel in plaats van
 15 de getextureerde polyester van voorbeeld I. Het behandelde weefsel vertoonde een aanzienlijk verbeterde ondoorzichtig-
 heid (ΔL waarde van 17,0) in vergelijking met een contro-
 leweefsel, dat op soortgelijke wijze was behandeld zonder
 aanwezigheid van titaandioxidepigment (ΔL waarde van 28,5).

Voorbeeld XII

Voorbeeld I werd nogeens herhaald met een stuk nylon taffeta weefsel in plaats van het 100 % getextureerde poly-
 esterweefsel van voorbeeld I. Terwijl het behandelde weef-
 sel een aanvankelijk enigszins verbeterde ondoorzichtigheid

vertoonde (ΔL waarde van 11,9) in vergelijking met een controle-weefsel, dat op soortgelijke wijze was verwerkt zonder aanwezigheid van titaandioxidepigment (ΔL waarde van 24,5) bleef na slechts vijf genormaliseerde wasbehandelingen slechts ongeveer 8,7 % van de deeltjes aanvankelijk op het weefsel aanwezig, achter.

Voorbeeld XIII

Voorbeeld I werd herhaald met een stuk 100 % acrylweefsel in plaats van de getextureerde polyester van voorbeeld I. Terwijl het behandelde weefsel aanvankelijk enige verbeterde ondoorzichtigheid vertoonde (ΔL waarde van 3,2) in vergelijking met het controle-weefsel, dat op een soortgelijke wijze verwerkt was zonder aanwezigheid van titaandioxidepigment (ΔL waarde van 15,0) bleef na slechts vijf genormaliseerde wasbehandelingen slechts ongeveer 25 % van de deeltjes aanvankelijk op het weefsel aanwezig, achter.

Voorbeeld XIV

Voorbeeld I werd herhaald met een stuk mengweefsel van 65/35 polyester/katoen in plaats van de 100 % getextureerde polyester van voorbeeld I. Terwijl het behandelde weefsel aanvankelijk enige verbeterde ondoorzichtigheid vertoonde (ΔL waarde van 6,2) in vergelijking met een controle-monster, dat op een soortgelijke wijze was behandeld zonder aanwezigheid van titaandioxidepigment (ΔL waarde van 16,0) bleef na slechts na vijf genormaliseerde wasbehandelingen slechts ongeveer 24 % op het weefsel achter. De ΔL waarde na vijf wasbehandelingen van het behandelde monster was 10,2, wat echter gunstig was in vergelijking zelfs ten opzichte van de oorspronkelijke ondoorzichtigheid van het controle-monster.

C O N C L U S I E S

1. Polyestervezel bevattend textielmateriaal met een verbeterde ondoorzichtigheid en hanteringseigenschappen, m e t h e t k e n m e r k, dat het textielmateriaal een
 5 polyestervezel bevattend substraat bevat, welke textielvezels bedekt zijn met titaandioxidedeeltjes met een gemiddelde deeltjesgrootte van ten minste ongeveer $0,18\mu\text{m}$ in een hoeveelheid tot 20 % betrokken op het gewicht van het textielmateriaal, waarbij de duurzaamheid van binding van de
 10 deeltjes op de textielvezels bij afwezigheid van een bindmiddel als het primaire bindingsmiddel zodanig is, dat ten minste ongeveer 50 % van de deeltjes gebonden blijven op het oppervlak van de textielvezels na vijf genormaliseerde AATCC wasbehandelingen.

15 2. Polyestervezel bevattend textielmateriaal met verbeterde ondoorzichtigheid en hanteringseigenschappen, m e t h e t k e n m e r k, dat het materiaal een polyestervezel bevattend substraat bevat, welke textielvezels bedekt zijn met titaandioxidedeeltjes met een gemiddelde
 20 deeltjesgrootte van ten minste ongeveer $0,18\mu\text{m}$ in een hoeveelheid tot 20 % betrokken op het gewicht van het textielmateriaal zonder praktische agglomeratie van de deeltjes tussen de textielvezels, waarbij de duurzaamheid van binding van de deeltjes op de textielvezels bij afwezigheid
 25 van een bindmiddel als het primaire bindingsmiddel zodanig is, dat ten minste ongeveer 50 % van de deeltjes gebonden op het oppervlak van de textielvezels na vijf genormaliseerde AATCC wasbehandelingen achterblijven.

30 3. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 1 of 2, m e t h e t k e n m e r k, dat het textielmateriaal een geweven maaksel is.

4. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 1 of 2, m e t h e t k e n m e r k, dat het textielmateriaal een gebreid maaksel is.

35 5. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 1 of 2, m e t h e t k e n m e r k, dat het textielmateriaal ten minste ongeveer 10 gew.% polyestervezels bevat.

6. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens
 40 conclusie 5, m e t h e t k e n m e r k, dat het tex-

tielmateriaal geheel uit polyester bestaat.

7. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat de titaandioxidedeeltjes aanwezig zijn in een hoeveelheid tot
5 ongeveer 7 gew.%.

8. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat de titaandioxidedeeltjes aan het oppervlak van de textielvezels gehecht zijn bij afwezigheid van een hechtend bindmiddel.
10 del.

9. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat een ondergeschikte hoeveelheid bindmiddel op het textielmateriaal wordt aangebracht als een secundair bindingsmiddel om
15 verder de bindingsduurzaamheid van het materiaal te verbeteren.

10. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat het bindmiddel aanwezig is in een hoeveelheid van ten hoogste ongeveer
20 veer 2 gew.%.

11. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat de polyestervezels geëxtrudeerde getextureerde filamenten zijn.

12. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens
25 conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat de titaandioxidedeeltjes het oppervlak van de polyestervezels zodanig bedekken, dat de gemiddelde agglomeraatgrootte kleiner is dan ongeveer 50 primaire deeltjes per agglomeraat.

30 13. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat de bindingsduurzaamheid van de deeltjes op de textielvezels zodanig is, dat ten minste ongeveer 70 % van de deeltjes gebonden blijft op het oppervlak van de textielvezels na
35 vijf genormaliseerde AATCC wasbehandelingen.

14. Werkwijze voor het verbeteren van de ondoorzichtigheid van een polyestervezel bevattend textielmateriaal, met het kenmerk, dat men
a) een water bevattende dispersie van titaandioxidepigment met een deeltjesgrootte van ten minste ongeveer $0,18\text{ }\mu\text{m}$
40

bereidt,

b) het textielmateriaal in aanraking brengt met de water bevattende dispersie onder roeromstandigheden en bij een pH, die kleiner is dan ongeveer 7,5, waarbij het titaandioxide-
5 pigment uit de dispersie uittrekt en

c) daarna het materiaal met warmte verduurzaamt.

15. Werkwijze volgens conclusie 14, m e t h e t k e n m e r k, dat men een pH van de dispersie gedurende ten minste een deel van de contacttijd met het materiaal toe-
10 past in een traject van ongeveer 6 tot ongeveer 3.

16. Werkwijze volgens conclusie 15, m e t h e t k e n m e r k, dat men een pH van de dispersie tijdens ten minste een gedeelte van de contacttijd met het materiaal toepast in een traject van ongeveer 5 tot ongeveer 4.

15 17. Werkwijze volgens conclusie 14, m e t h e t k e n m e r k, dat men een dispersie toepast, die aanvankelijk alkalisch is en dat men de pH geleidelijk verlaagt tot een punt beneden ongeveer 7,5.

18. Werkwijze volgens conclusie 17, m e t h e t k e n m e r k, dat men de pH verlaagt door een zuur ontwikkelende verbinding op te nemen in de dispersie en de dispersie te verwarmen voor de ontwikkeling van zuur.

19. Werkwijze volgens conclusie 17, m e t h e t k e n m e r k, dat men de pH van de dispersie verlaagt door
25 de geleidelijke toevoeging van zuur daaraan.

20. Werkwijze voor het verbeteren van de ondoorzichtigheid van een polyestervezel bevattend textielmateriaal, m e t h e t k e n m e r k, dat men

a) een water bevattende dispersie van titaandioxide-pig-
30 ment met een deeltjesgrootte van ten minste ongeveer 0,18 μ m bereidt, welke dispersie een pH heeft van meer dan ongeveer 7,5,

b) het textielmateriaal in aanraking brengt met de water bevattende dispersie onder roeromstandigheden en

35 c) geleidelijk de pH van de dispersie verlaagt tot een niveau beneden ongeveer 7,5, waarbij het pigment uit de dispersie uittrekt op het textielmateriaal.

21. Werkwijze volgens conclusie 20, m e t h e t k e n m e r k, dat men de werkwijze uitvoert bij omgevings-
40 temperatuur en de pH verlaagt door de geleidelijke toevoe-

ging van een zuur.

22. Werkwijze volgens conclusie 20, m e t h e t k e n m e r k, dat men een dispersie toepast, die tevens een door warmte geactiveerde zuur ontwikkelende verbinding
5 bevat en dat men de dispersie geleidelijk verwarmt voor de ontwikkeling van zuur en de pH van de dispersie verlaagt voor de uittrekking van het titaandioxide-pigment.

23. Werkwijze volgens conclusie 20, m e t h e t k e n m e r k, dat men een dispersie toepast, waarvan de
10 oorspronkelijke pH ongeveer 9 bedraagt en de pH van de dispersie geleidelijk vermindert tot een pH in het traject van ongeveer 6 tot ongeveer 3.

24. Werkwijze volgens conclusie 23, m e t h e t k e n m e r k, dat men een dispersie toepast, die butyrolacton bevat en dat men de dispersie verwarmt tot een temperatuur van ongeveer 130°C, waarbij zuur ontwikkeld wordt,
15 dat geleidelijk de pH van de dispersie tot ongeveer 4,7 verlaagt.

25. Werkwijze volgens conclusie 20, m e t h e t k e n m e r k, dat men het polyestertextielmateriaal verder
20 door warmte verduurzaamt.

26. Werkwijze volgens conclusie 25, m e t h e t k e n m e r k, dat men het textielmateriaal met warmte verduurzaamt bij een temperatuur in een traject van ongeveer
25 150°C tot ongeveer 205°C gedurende ongeveer 5 seconden tot ongeveer 2 minuten.

27. Werkwijze voor het verbeteren van de ondoorzichtigheid van een polyestervezel bevattend textielmateriaal, m e t h e t k e n m e r k, dat men
30 a) een bindmiddelvrije, water bevattende dispersie, die titaandioxidepigment bevat, bij een pH van meer dan ongeveer 7,5, welk pigment een gemiddelde deeltjesgrootte heeft van ten minste ongeveer 0,18/um, en een zuur ontwikkelend produkt verschaft,
35 b) het textielmateriaal met de dispersie in aanraking brengt^{en} een relatieve beweging daartussen opwekt,
c) geleidelijk de dispersie met het textielmateriaal daarin aanwezig verhit tot een temperatuur van ongeveer 130°C, op welk punt zuur zal zijn ontwikkeld om op geschik-
40 te wijze de pH van de dispersie te verlagen tot binnen het

traject van ongeveer 6 tot ongeveer 3, waarbij nagenoeg al het titaandioxidepigment op het textielmateriaal zal uit-trekken en

d) het textielmateriaal met warmte verduurzaamt.

5 28. Werkwijze volgens conclusie 27, m e t h e t k e n m e r k, dat men als zuur ontwikkelend produkt butyrolacton toepast en de pH van de dispersie verlaagt tot ongeveer 4,7.

10 29. Werkwijze volgens conclusie 27, m e t h e t k e n m e r k, dat men de verduurzaming van het textielmateriaal met warmte uitvoert bij een temperatuur in het traject van ongeveer 150°C tot ongeveer 205°C gedurende een tijdsperiode van ongeveer 5 seconden tot ongeveer 2 minuten.

15 30. Polyestervezel bevattend textielmateriaal met verbeterde ondoorzichtigheid en hanteringseigenschappen, m e t h e t k e n m e r k, dat het textielmateriaal een polyestervezel bevattend substraat bevat, welke textielvezels bedekt zijn met titaandioxidedeeltjes met een gemiddelde deeltjesgrootte van ten minste ongeveer 0,18 µm in een
20 hoeveelheid tot ongeveer 20 % betrokken op het gewicht van het textielmateriaal, waarbij de bindingsduurzaamheid van de deeltjes op de textielvezels bij aanwezigheid van een bindmiddel als het primaire bindingsmiddel zodanig is, dat ten minste ongeveer 50 % van de deeltjes gebonden blijven
25 op het oppervlak van de textielvezel na vijf genormaliseerde AATCC wasbehandelingen, waarbij een ondergeschikte hoeveelheid bindmiddel is aangebracht op het textielmateriaal als een secundair bindingsmiddel om de bindingsduurzaamheid van de deeltjes te verbeteren en waarbij de titaandioxide-
30 deeltjes het oppervlak van de polyestervezels zodanig bedekken, dat de gemiddelde agglomeraatgrootte kleiner is dan ongeveer 50 primaire deeltjes per agglomeraat.

31. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 30, m e t h e t k e n m e r k, dat het textielmateriaal een geweven maaksel is.
35

32. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 30, m e t h e t k e n m e r k, dat het textielmateriaal een gebreid maaksel is.

33. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens
40 conclusie 30, m e t h e t k e n m e r k, dat het tex-

tielmateriaal ten minste ongeveer 10 gew.% polyestervezels bevat.

34. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 33, m e t h e t k e n m e r k, dat het textielmateriaal geheel uit polyester bestaat.

35. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 30, m e t h e t k e n m e r k, dat de titaandioxidedeeltjes aanwezig zijn in een hoeveelheid tot ongeveer 7 gew.%.

10 36. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 30, m e t h e t k e n m e r k, dat de polyestervezels geëxtrudeerde getextureerde filamenten zijn.

15 37. Polyestervezel bevattend textielmateriaal volgens conclusie 30, m e t h e t k e n m e r k, dat de bindingsduurzaamheid van de deeltjes op de textielvezels zodanig is, dat ten minste ongeveer 70 % van de deeltjes gebonden blijven op het oppervlak van de textielvezels na vijf genormaliseerde AATCC wasbehandelingen.

* * * * *



FIG. -1-

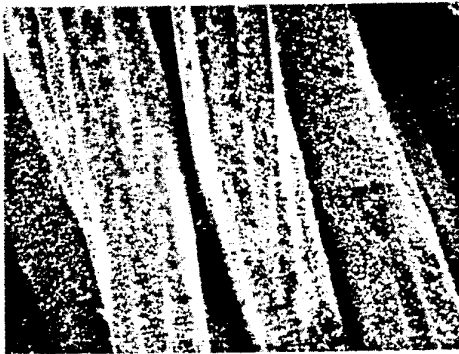


FIG. -2-



FIG. -4-

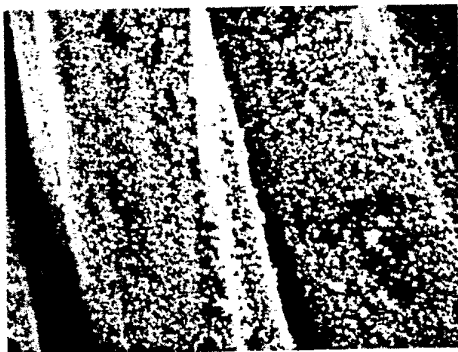


FIG. -3-

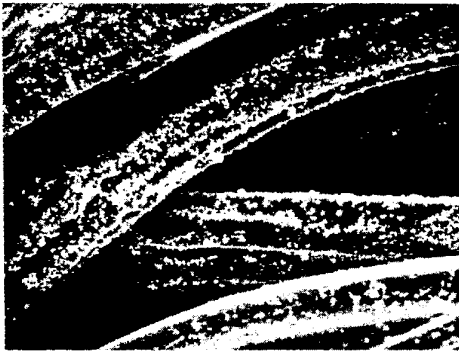


FIG.-5-

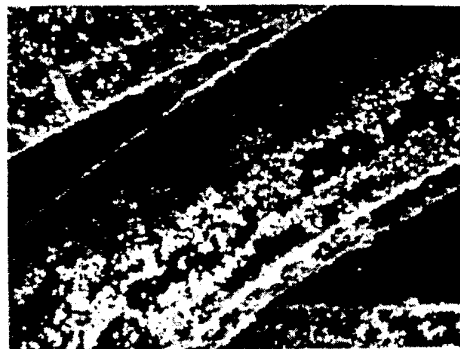


FIG.-6-



FIG.-7-

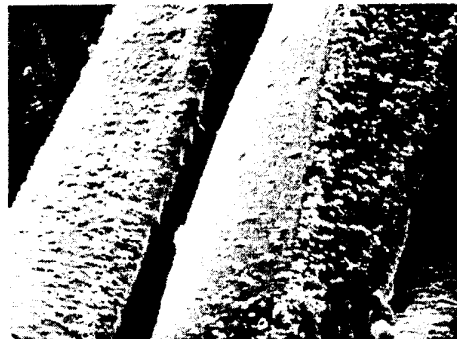


FIG.-8-