

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) FI 761112 A7

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

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application **761112**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C08G

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **22.04.1976**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **22.04.1976**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **24.10.1976**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etu oikeus - Prioritet - Priority

23.04.1975 FR 7513487

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Rhone- Poulenc Industries, 22, Avenue Montaigne, 75008 Paris, RANSKA, (FR)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Violland, Robert, France, RANSKA, (FR)

2 • Lagasse, Alain, France, RANSKA, (FR)

3 • Papillon, Bernard, France, RANSKA, (FR)

4 • Neel, Jean, France, RANSKA, (FR)

5 • Coudurier, Maurice, France, RANSKA, (FR)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Berggren Oy Ab, Antinkatu 3 C, 00100 Helsinki

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

Polyuretaanihydrofiili ja sen käyttö

Polyuretanhydrofil och dess användning

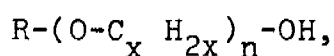
vent. montaigne

Hydrofiili polyuretaani ja sen käyttö -
Hydrofil polyuretan och dess användning

Esillä oleva keksintö koskee uutta hydrofiiliä polyuretaania ja sen käyttöä uudelleen saostumisen ja likaantumisen estoaaineena tekstiili-esineiden ja erityisesti polyesterikuituja sisältävien tekstiiliesineiden puhdistuksessa ja appretuurissa.

Keksinnön mukaan tämä hydrofiili polyuretaani saadaan saattamalla reagoimaan keskenään:

- 10-45 paino-% orgaanista di-isosyanaattia (A);
- 89-35 paino-% 1 tai 2 liikkuvaa vetyatomia sisältävien yhdisteiden seosta (B), joka seos koostuu:
 - a) 100-75 paino-%:sta seosta, jonka yleinen kaava on:



jossa kaavassa R on vety tai vähemmän kuin 20 hiiliatomia sisältävä hiilivetyradikaali, x on 2,3 tai 4 ja n on niin suuri kokonaisluku, että molekyylipaino tulee välille 300-10000,

Yhdiste C vastaa yleistä kaavaa $R' - N \begin{matrix} X_1 \\ X_2 \end{matrix}$, jossa R' on vähemmän kuin

viisi hiiliatomia sisältävä alkyyliradikaali ja X_1 ja X_2 merkitsevät samaa tai eri tyhmää ja ovat hydroksialkyyli- tai aminoalkyyli- radikaaleja, jotka sisältävät mieluummin alle viisi hiiliatomia. Tästä ryhmästä ensisijaisia ovat erityisesti N-alkyyli-dietanoliamiinit ja N-alkyyli-dipropanoliamiinit, N-alkyyli-imino-bis-propyyliamiinit, N-alkyyliaminopropyyli-etanoliamiinit ja N-alkyyliaminopropyyli-propanoliamiinit, joissa alkyyliradikaali sisältää alle 5 hiiliatomia.

Eräs keksinnön muunnos käsittää yhdisteen C tertiaarin typen kvaternoimisen. Tämä kvaternoiminen voidaan suorittaa joko ennen seoksen B reaktiota di-isosyanaatin kanssa tai polyuretaanin muodostuksen jälkeen. Molemmissa tapauksissa se suoritetaan klassisten kvaternoimisagenssien, kuten metyyli-sulfaatin tai metyyli- tai bentsyylikloridin avulla.

Typpiyhdiste C edustaa 1 - 20 paino-% lopullisesta polyuretaanista. Toinen tapa määritellä tämän yhdisteen suhteellinen määrä on määrittää se, miten paljon lopullisessa polyuretaanissa on tertiaarityppeä paino-%:na. Keksinnön mukaan tämä prosenttimäärä on 0,1 ja 2 % välillä.

Niiden NCO-ryhmien, jotka di-isosyanaatti sisältää, kokonaissuhde niihin liikkuviin vetyatomeihin nähden, jotka seoksen B yhdisteet a ja b sekä yhdiste C sisältävät, kokonaissuhteen on keksinnön mukaan oltava 0,7 ja 1 välillä, so reaktio tapahtuu aina siten, että liikkuvia vetyatomeja on ylimäärä.

Di-isosyanaatin A ja liikkuvia vetyatomeja sisältävien yhdisteiden välisen reaktion olosuhteet ovat samat kuin klassisessa polyuretaanin muodostumisreaktiossa. Reaktio voi tapahtua hydroksyyli-pitoisen liuotimen, joka mieluummin on veteen sekoittuvaa kuten aseton, metyyli-etyyliketoni ja dimetyyli-formamidi, läsnäollessa tai ilman sitä.

Keksinnön mukaan on sopivaa lisätä di-isosyanaatti liikkuvia vetyatomeja sisältävien yhdisteiden yhteisseokseen ja säätää tätä lisäämistä siten, että lämpötila pysyy 20 ja 150°C välillä.

Seuraavissa esimerkeissä selitetään eräitä keksinnön mukaisia tuot-

teita. Kaikki mainitut prosenttilivut ja osat ovat painon mukaan.

Esimerkki 1

Reaktorissa, joka sisältää 50 osaa asetonia, saatetaan reagoimaan 100 osaa seuraavaa seosta:

- di-isosyanaatti*
- A) toluyleenidi-isosyanaattia 33 %
(kaupallista isomeerien 2,4 - 2,6 seosta suhteessa 80 - 20)
- B) seosta, jossa on: 62,8 %
a) 88,5 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 1500
b) 11,5 % etyleeniglykolia
- C) N-metyylidietanoliamiinia 4,2 %

jolloin di-isosyanaatti lisätään noin yhden tunnin aikana B:n ja C:n seokseen, lämpötila pysytetään 30 ja 40°C välillä ja reaktiota jatketaan 2 lisätuntia, kunnes vapaat NCO-ryhmät häviävät. Sitten lisätään 4,4 paino-osaa dimetyylisulfaattia yhdisteen C tertiaarin typen kvaternoimiseksi. Kun reaktio on jatkunut kaksi tuntia, reaktiomassaan lisätään 250 osaa vettä ja asetoni poistetaan hahduttamalla alipaineessa. Näin saadaan keksinnön mukaisen tuotteen 1 kirkas vesiliuos. Tuotteen 1 % vesiliuos samenee 69°C:ssa.

Esimerkki 2

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1 saatetaan reagoimaan seuraava seos:

- A) toluyleenidi-isosyanaattia 32,5 %
- B) seosta, jossa on: 59,3 %
a) 92 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 1500
b) 8 % etyleeniglykolia
- C) N-metyylidietanoliamiinia 8,2 %

Saadun tuotteen tertiaarityyppi kvaternoidaan 8,7 osalla metyyllisulfaattia.

Näin saadun tuotteen 2 l % liuoksen samenenislämpötila on 67°C.

Esimerkki 3

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1 saatetaan reagoimaan seuraava seos:

- | | |
|---|--------|
| A) toluyleen-di-isosyanaattia | 35,8 % |
| B) seosta, jossa on | 59,7 % |
| - 100 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 300 | |
| C) N-metyylidietanoliamiinia | 4,5 % |

Saadun tuotteen tertiaarityppi kvaternoidaan 4,8 osalla dimetyylisulfaattia.

Näin saadun tuotteen 3 l % liuoksen samenenislämpötila on 20°C.

Esimerkki 4

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1 saatetaan reagoimaan seuraava seos:

- | | |
|--|--------|
| A) toluyleen-di-isosyanaattia | 33,7 % |
| B) seosta, jossa on: | 62 % |
| - 90,7 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 600 | |
| - 9,3 % etyleeniglykolia | |
| C) N-metyylidietanoliamiinia | 4,3 % |

Saadun tuotteen tertiaarityppi kvaternoidaan 4,45 osalla dimetyylisulfaattia.

Näin saadun tuotteen 4 l % liuoksen samenenislämpötila on 52 - 53°C.

Esimerkki 5

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1, saatetaan reagoimaan seuraava seos:

- A) di(4-isosyanaattifenyyli)metaania 18,9 %
- B) seosta, jossa on: 75,7 %
 - 100 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 1500
- C) N-metyylidietanoliamiinia 5,4 %

Saadun tuotteen tertiaarityyppi kvaternoidaan 5,7 osalla dimetyyli-sulfaattia.

Näin saadun tuotteen 5 l % liuoksen samennemislämpötila on yli 100°C.

Esimerkki 6

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1, kvaternoimatta, saatetaan reagoimaan seuraava seos:

- A) toluyleen-di-isosyanaattia 15 %
- B) seosta, jossa on: 82,1 %
 - 100 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 1500
- C) N-metyylidietanoliamiinia 2,9 %

Näin saadun tuotteen 6 l % liuoksen samennemislämpötila on 85°C.

Esimerkki 7

Esimerkki 1 toistetaan, kuitenkin suorittamatta polyuretaanin kvaternoimista. Saadaan tuote 7. Tuotteen 1 % etikkahappoisen liuoksen, jonka pH on 4, samennemislämpötila on 73°C.

Esimerkki 8

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1 saatetaan reagoimaan seuraava seos:

- A) toluyleen-di-isosyanaattia 30,9 %
- B) seosta, jossa on: 65,3 %
 - 80,5 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino

- on 4000
- 19,5 % etyleeniglykolia

C) N-metyylidietanoliamiinia 3,8 %

Saadun tuotteen tertiaarityyppi kvaternoidaan 4,0 osalla dimetyylisulfaattia. Näin saadun tuotteen 8 l % liuoksen samenenislämpötila on 60°C.

Esimerkki 9

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1 saatetaan reagoimaan seuraava seos:

A) toluyleenidi-isosyanaattia 33 %

B) seosta, jossa on: 62,8 %

a) 55,6 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 1500

32 % nonyyllifenolia, jossa on 30 moolia etyleenioksidia

b) 12,4 % etyleeniglykolia

C) N-metyylidietanoliamiinia 4,2 %

Saatu tuotteen tertiaarityyppi kvaternoidaan 4,45 osalla dimetyylisulfaattia. Näin saadun tuotteen 9 l % liuoksen samenenislämpötila on 62°C.

Esimerkki 10

Esimerkissä 1 selitetyn seoksen aineosat saatetaan reagoimaan seuraavassa järjestyksessä. Reaktoriin pannaan polyoksietyleeniglykoli, etyleeniglykoli ja N-metyylidietanoliamiini, joiden lämpötila nostetaan 70°C:een, sitten lisätään dimetyylisulfaatti, jonka annetaan reagoida 1 tunti. Tämän jälkeen lisätään toluyleenidi-isosyanaatti 2 tunnin aikana pysyttäen lämpötila 130 ja 135°C välillä. Sitten lisätään vesi, hämmentäen, 130 - 135°C:ssa.

Näin saadun tuotteen 10 samenenislämpötila on 67°C.

Esimerkki 11

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1 saatetaan reagoimaan seuraava seos:

A) toluyleen-di-isosyanaattia	20,6 %
B) seosta, jossa on:	79,4 %
- 94,7 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 1500	
- 5,3 % etyleeniglykolia	
C) N-metyylidietanoliamiinia	0 %

Saatu tuote 11 ei ole keksinnön mukainen tuote, koska se ei sisällä yhdistettä C. 1 % liuoksen samenessä lämpötila on 31°C.

Esimerkki 12

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1 saatetaan reagoimaan seuraava seos:

A) toluyleen-di-isosyanaattia	33,03 %
B) seosta, jossa on	62,78 %
- 88,64 % polyoksietyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 1500	
- 11,38 % etyleeniglykolia	
C) N-metyylidietanoliamiinia	4,18 %

Saadun tuotteen tertiäärityppi kvaternoitiin 4,45 osalla metyyli-kloridia.

Esimerkki 13

Valmistus on sama kuin esimerkissä 12 on selitetty, paitsi, että tertiäärityppi kvaternoitiin 8,75 osalla laurylibromidia.

Esimerkki 14

Samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 1 saatettiin reagoimaan seuraava seos:

- A) toluyleenii-di-isosyanaattia 33,00 %
- B) seosta, jossa on: 62,82 %
- 37,20 % PEG 1500=polyetyleeniglykolia, jonka mol.-paino on 1500
 - 51,15 % nonyyliifenolia, joka on etoksyloitu kondensoimalla 30 moolia etyleenioksidia
 - 11,64 % etyleeniglykolia
- C) N-metyylidietanoliamiinia 4,18 %

Saadun tuotteen tertiaarityyppi kvaternoititiin 4,42 osalla dimetyylisulfaattia.

Esimerkki 15

Käytetään esimerkin 1 mukaista koostumusta paitsi, että käytettävän etyleeniglykolin määrää säädetään niin, että tuotteelle saadaan vastaavasti seuraavat hydroksyyli-indeksit:

- a) 11,2 mg KOH/g
- b) 17,5 mg KOH/g
- c) 27,6 mg KOH/g
- d) 38,3 mg KOH/g

Hakija on todennut, että edellä selitetyt tuotteet ovat erinomaisia uudelleensaostumista ja likaantumista estäviä agensseja millä tavoin tahansa tekstiilikuiduille saostettuina. Likaantumista estävällä agenssilla tarkoitetaan tuotetta, joka helpottaa tahrojen poistamista kudoksilta joille sitä on saostettu.

Itse asiassa tiedetään, että kankailla, jotka sisältävät huomattavan määrän polyesterikuituja, on taipumus olla kovin hydrofobisia, mikä ominaisuus tekee kudokselle joutuneille rasvatahroille mahdolliseksi kiinnittyä, mikä tekee niiden poistamisen vaikeaksi. Toinen polyesterikuitujen hyvin tunnettu varjopuoli on se, että valkaisun aikana pesukylvyssä mukana olevat lika-aineet saattavat uudelleen saostua kudokselle. Eräs keino uudelleensaostumisilmiön välttämiseksi ja rasvatahrojen poistamisen helpottamiseksi on se, että kuidoille kerrostetaan jotakin appretuuriainetta, joka antaa niille tietyn hydrofiilisyyden.

Hakija on todennut, että edellä selitetyt tuotteet ovat appretuuriaine, joka antaa polyestereille, joille ne saostetaan, tämän toivotun hydrofiilisyyden.

Keksinnön mukaisten tuotteiden saostaminen voidaan suorittaa millä tavoin tahansa, s o se voi nimenomaan käsittää appretoimisen, joka suoritetaan raa'alle kankaalle fulardoimalla tai sirottamalla värjäyksen jälkeen, tai tekstiiliesineelle sen käyttäjän suorittaman pesun jälkeen. Mieluimmin näiden tuotteiden saostaminen kuitenkin suoritetaan kankaiden pesuvaiheiden aikana, s o niin että keksinnön mukaisia polyuretaaneja lisätään joko detergenttiseoksiin tai huuhtelukylpyyn.

Keksinnön mukaisia tuotteita voidaan sisällyttää minkä tahansa tyyppiin anionisiin, ei-ionisiin, kationisiin, amfolyyttisiin tai molempi-ionisiin detergenttiseoksiin. Nämä seokset sisältävät yleensä paitsi pinta-aktiivisia aineita ja jatkoaineita, myös tiettyjä klassisia aineosia vaihtelevin määrin. Esimerkkejä näistä ainesosista ovat mm agenssit, jotka edistävät vaahtoamista, tai päinvastoin mahdollistavat vaahtoamisen hallinnan, kuten polysiloksaanit, mineraalisuolat kuten natriumsulfaatti, valkaisuaineet yksinään tai seoksena valkaisun esiaineiden kanssa, ja muut uudelleen saostumista estävät agenssit kuten oksimetyyliselluloosa sekä pienet määrät hajusteita, väriaineita, fluoroivia aineita ja entsyymejä.

Näiden ainesosien sisällyttäminen seokseen voidaan suorittaa monin tavoin, kuten esimerkiksi lisäämällä niitä liuoksena tai emulsiona jauhemaisia seoksia sirotettaessa tai rakeina mainittuihin seoksiin. Niiden lisääminen taloudessa tai teollisuudessa käytettäviin nestemäisiin lipeisiin voidaan samoin helposti suorittaa tunnetuilla menetelmillä.

Seuraavassa esimerkissä osoitetaan keksinnön mukaisten tuotteiden uudelleensaostumista estävät ominaisuudet.

Esimerkki 16

Polyesteri-puuvilla-(67/33)-neliöitä (12 x 12) pestiin Lini-Test laitteessa (ORIGINAL HANAU) 20 min 60°C:ssa kovassa (33^oTH) vedessä, joka sisälsi 0,75 g/l seuraavaa klassista detergenttiseosta:

- lineaarista alkyylibenseenisulfonaattia (alkyyli sisälsi noin 12 hiiliatomia)	8	%
- alkoholia, joka sisältää 16 - 18 hiiliatomia ja käsittää noin 50 etyleenioksidimotiivia	3	%
- luonnon rasvasaippuaa	4	%
- natriumtripolyfosfaattia	30	%
- natriumortofosfaattia	1,5	%
- natriumpyrofosfaattia	12,5	%
- natriumperboraattia	25	%
- natriumsulfaattia	10	%
- natriumdisilikaattia	6	%

Kuhunkin pesuastiaan pannaan Spangler-likaa (katso J. Am. Oil Chem. Soc. 1965-42-723-727) 5 promillea lipeäpitoisen liuoksen painosta. Keksinnön mukaista tuotetta testataan 3 paino-% siitä detergenttiseoksesta, johon se sisällytetään.

Spangler-tahran uudelleen saostuminen kankaalle arvostellaan heijastumissuhteen erotuksen ΔR mukaan verrattuna pestyyn näytteeseen, johon ei ole lisätty keksinnön mukaista tuotetta. Heijastumissuhde mitataan Gardner-laitteella (GARDNER INSTRUMENTS).

Eräillä edellä selitetyillä tuotteilla saadut tulokset on koottu seuraavaan taulukkoon:

Testattu tuote	1	2	3	4	7
ΔR	+ 12	+ 8	+ 6	+ 11	+ 8

Luotettavuus-intervalli kokeen olosuhteissa on 1.

Seuraavassa esimerkissä osoitetaan keksinnön mukaisten tuotteiden

likaantumista estävät ominaisuudet anionisessa lipeässä.

Esimerkki 17

Kaksi polyesteri-puuvilla-(67/33)-nauhaa (20 x 115 cm), joiden heijastumissuhde on C, pestiin automaattisessa Miele 421 S koneessa (värillisten ohjelma - 60°C) niin, että mukana oli 5 g/l seuraavaa klasista detergenttiseosta:

- lineaaria benseenialkyyylisulfonaattia (alkyyli sisälsi noin 12 hiiliatomia)	9,9 %
- alkoholia, joka sisälsi 16 - 18 hiiliatomia ja käsitti noin 15 etyleenioksidi-motiivia	5 %
- luonnon rasvasaippuaa	6,6 %
- natriumtripolyfosfaattia	34 %
- natriumortofosfaattia	0,9 %
- natriumpyrofosfaattia	2,3 %
- natriumperboraattia	22,9 %
- natriumsulfaattia	4,8 %
- natriumdisilikaattia	5,4 %
- karboksimeetyyliselluloosaa	0,6 %
- vettä	7,6 %

Testattavaa tuotetta lisätään 3 paino-% laskettuna detergenttiseoksesta, johon se sisällytetään. Kangasnauhat kuivatetaan sitten huoneen lämpötilassa ja leikataan neliöiksi (12 x 12 cm), joille asetetaan jäteöljyä, Spanglerin likaa, tomaattisoseetta ja huulipunaa, kutakin tahratyyppeä kuudelle kangasneliölle. Tahroja vanhennetaan sitten 1 tunti uunissa 60°C:ssa. Niiden heijastumissuhde R mitataan Elrepho-kojeella käyttäen suodatinta FMY/C jäteöljylle ja Spanglerlialle ja suodatinta FMX/C tomaattisoseelle ja huulipunalle.

Tahraiset neliöt harsitaan sitten kiinni kymmeneen puuvillariepuun, pestään kuten edellä ja kuivataan. Sitten mitataan niiden heijastusuhde R_1 . Testatun tuotteen tehokkuus likaantumisen estoagensina ilmaistaan tahrojen poistumis-prosenttiluvulla, joka lasketaan kaavasta:

$$E, \% = \frac{R_1 - R}{C - R} \times 100$$

Jokaiselle testatulle tuotteelle lasketaan erilaisten tahrojen poistumisprosenttilukujen keskiarvo. Näiden kokeiden tulokset on koottu seuraavaan taulukkoon:

Testattu tuote	Vertausnäyte	1	2	3	4	5	7	11	12	13	14	15a	15b	15c	15d
E, %	40	58	55	46	48	47	50	40	50	47	50	58	56	52	46

Luotettavuus-intervalli koeolosuhteissa on 1.

Seuraavassa esimerkissä osoitetaan keksinnön mukaisten tuotteiden likaantumisen esto-ominaisuudet, kun niitä käytetään ei-ionisessa lipeässä.

Esimerkki 18

Kokeet suoritettiin samoissa olosuhteissa kuin esimerkissä 13 on selitetty, paitsi että käytettiin seuraavaa ei-ionista detergenttiseosta:

- alkoholia, joka sisältää 10-12 hiiliatomia ja käsittää keskimäärin 5 etyleenioksidi-motiivia	9,4 %
- natriumtripolyfosfaattia	31,4 %
- natriumortofosfaattia	1,1 %
- natriumpyrofosfaattia	7,3 %
- natriumperboraattia	26,2 %
- natriumsulfaattia	15,8 %

- natriumdisilikaattia 8,5 %
- polysiloksaania (vaahdon estoainetta) 0,3

Näiden kokeiden tulokset on koottu seuraavaan taulukkoon:

Testattu tuote	Vertausnäyte	1	2	4	7	11
E, %	56	68	62	65	73	56

Seuraavassa esimerkissä osoitetaan keksinnön mukaisten tuotteiden likaantumista estävät ominaisuudet kun niitä lisätään valkaisutyö-
vaiheen viimeisen huuhtelun aikana.

Esimerkki 19

Kaksi nauhaa (20 x 115 cm) polyesteri/puuvillakangasta (67/33), jonka heijastumissuhde oli C. pestiin automaattisessa Miele 421 S koneessa (värillisten pesuohjelma) kun mukana oli 5 g/l seuraavaa detergenttiseosta:

- lineaaria alkyylibenseenisulfonaattia 9,9 %
- alkoholia, joka sisälsi 16-18 hiiliatomia ja käsitti noin 15 etyleenioksidimotiivia 5 %
- luonnon rasvasaippuaa 6,6 %
- natriumtripolyfosfaattia 34 %
- natriumortofosfaattia 0,9 %
- natriumpyrofosfaattia 2,3 %
- natriumperboraattia 22,9 %
- natriumsulfaattia 4,8 %
- natriumdisilikaattia 5,4 %
- karboksimeetyyliselluloosaa 0,6 %

- vettä

7,6 %

3 g testattavaa tuotetta lisättiin valkaisutyövaiheen viimeisen huuhtelun aikana. Kangasnauhat kuivatettiin sitten huoneen lämpötilassa ja leikattiin neliöiksi (12 x 12 cm), joille kerrostettiin jäteöljyä, Spanglerin likaa, tomaattisoseetta ja huulipunaa, kutakin tahratyyppiä kuudelle neliölle. Tahroja vanhennettiin sitten yksi tunti uunissa 60°C:ssa. Sitten mitattiin niiden heijastumissuhde R Elrepho-kojeella käyttäen suodinta FMY/C jäteöljylle ja Spanglerin lialle ja suodinta FMX/C tomaattisoseelle ja huulipunalle.

Tahraiset neliöt harsittiin sitten kiinni kymmeneen puuvillariepuun ja pestiin sitten niin, että läsnä oli 5 g/l edellä selitettyä detergenttiseosta. Kuivatuksen jälkeen mitattiin neliöiden heijastumissuhde R_1 . Testatun tuotteen tehokkuus likaantumisen estoaineena ilmaistaan tahrojen poistumisen prosenttilukuna, joka lasketaan kaavasta:

$$E (\%) = \frac{R_1 - R}{C - R} \times 100$$

Sitten lasketaan eri tahrojen poistumisen prosenttiluvun keskiarvo. Kokeiden tulokset esitetään seuraavassa taulukossa:

Testattu tuote	Vertailunäyte	1
E, %	40	61

Tämän testin merkitsevä poikkeama on 1 %.

Seuraavassa esimerkissä osoitetaan keksinnön mukaisten tuotteiden likaantumisen esto-ominaisuudet, kun niitä kerrostetaan fulardoimalla kankaalle.

Esimerkki 20

Kaksi nauhaa (20 x 115 cm) polyesteri/puuvillakangasta (67/33), jonka heijastumissuhde oli C, upotettiin testattavan tuotteen 2 % vesiliuokseen. 15 minuutin imeytyksen jälkeen nämä kaksi nauhaa fulardoitiin (ulospuristussuhde 100 %) ja pantiin kuivumaan huoneen lämpötilassa.

Näin kyllästetyt nauhat leikattiin neliöiksi (12 x 12 cm). Näille kangasneliöille kerrostettiin jätteöljyä, Spanglerin likaa, tomaattisoseetta ja huulipunaa, kuitenkin tahratyyppiä kuudelle neliölle. Tahroja vanhemmettiin sitten 1 tunti uunissa 60°C:ssa. Sitten mitattiin niiden heijastumissuhde R Elrepho-kojeella käyttäen suodinta FMY/C jätteöljylle ja Spanglerin lialle, ja suodinta FMX/C tomaattisoseelle ja huulipunalle.

Tahraiset neliöt harsittiin sitten kiinni kymmeneen puuvillariepuun ja pestiin sitten automaattisessa Miele 421 S koneessa (värillisten pesuohjelma) niin, että mukana oli 5 g/l seuraavaa klassista detergenttiseosta:

- lineaaria benseenialkyylisulfonaattia (alkyyli sisälsi 12 hiiliatomia)	9,9 %
- alkoholia, joka sisältää 16-18 hiiliatomia ja käsittää noin 15 etyleenioksidimotiivia	5 %
- luonnanrasvasaippuaa	6,6 %
- natriumtripolyfosfaattia	34 %
- natriumortofosfaattia	0,9 %
- natriumpyrofosfaattia	2,3 %
- natriumperboraattia	22,9 %
- natriumsulfaattia	4,8 %
- natriumdisilikaattia	5,4 %
- karboksimeetyyliselluloosaa	0,6 %
- vettä	7,6 %

Pesun ja huoneenlämpötilassa kuivatuksen jälkeen mitattiin kangasneliöiden heijastumissuhde R_1 . Testatun tuotteen tehokkuus likaantumista estävänä appretuuriaineena ilmaistaan tahrojenpoistumisprosent-

tilukuna. Tämä prosenttiluku lasketaan seuraavasta kaavasta:

$$E (\%) = \frac{R_1 - R}{C - R} \times 100$$

Kustakin testatusta tuotteesta laskettiin erilaisten tahrojen poistumisprosenttiluvun keskiarvo. Näiden kokeiden tulokset on koottu seuraavaan taulukkoon.

Testattu tuote	Vertailunäyte	7	11
E, %	37	60	45

Patenttivaatimukset

käytännössä

1. Hydrofiilinen polyuretaani, t u n n e t t u siitä, että se on seuraavien aineiden reaktion tulos:

- 10-45 paino-% orgaanista di-isosyanaattia (A),
- 89-35 paino-% yksi tai kaksi liikkuvaa vetyatomia sisältävien yhdisteiden seosta (B), jossa seoksessa on:
 - a) 100-75 paino-% yleisen kaavan $R-(OC_2H_4)_n-OH$ mukaista yhdistettä, jossa R tarkoittaa vetyä tai vähintään 20 hiiliatomia sisältävää hiilivetyradikaalia, ja n on sellainen kokonaisluku, että molekyylipaino tulee olemaan 300 ja 10000 välillä, ja
 - b) 0-25 paino-% jotakin diolia,
- ja 1-20 paino-% typpiyhdistettä (C), jossa on liikkuvia vetyatomeja ja jonka yleinen kaava on $R' - N \begin{smallmatrix} X_1 \\ \diagdown \\ X_2 \end{smallmatrix}$, jossa R' on vähemmän kuin 5 hiiliatomia sisältävä alkyyliradikaali ja X_1 ja X_2 jotka voivat tarkoittaa samaa tai eri ryhmää, ovat hydroksialkyyli- tai aminoalkyyliradikaaleja ja jonka yhdisteen tertiärityyppi voidaan kvaternoida ennen reaktiota di-isosyanaatin A kanssa tai sen jälkeen,
- jolloin kokonaissuhde NCO/liikkuva H on 0,7 ja 1 välillä.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen polyuretaani, t u n n e t t u siitä, että orgaaninen di-isosyanaatti on tolueeni-di-isosyanaatti, di(isosyanaattifenyyli)metaani tai di(isosyanaattisykloheksyyli)metaani.

3. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen polyuretaani, t u n - n e t t u siitä, että kaavan $R-(OC_2H_4)_n-OH$ mukainen yhdiste a on polyoksietyleeniglykoli, jonka molekyylipaino on 300 ja 4000 välillä.
4. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen polyuretaani, t u n - n e t t u siitä, että yhdiste b on dioli, jonka molekyylipaino on alle 300.
5. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen polyuretaani, t u n - n e t t u siitä, että yhdiste b on etyleeniglykoli, propyleeniglykoli, butyleeniglykoli, dietyleeniglykoli, trietyleeniglykoli tai tetraetyleeniglykoli.
6. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen polyuretaani, t u n - n e t t u siitä, että yhdisteen C radikaalit X_1 ja X_2 sisältävät vähemmän kuin 5 hiiliatomia.
7. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen polyuretaani, t u n - n e t t u siitä, että yhdiste C on N-alkyyli-dietanoliamiini, N-alkyyli-dipropanoliamiini, N-alkyyli-iminobis-propyyliamiini, N-alkyyli-aminopropyylietanoliamiini tai N-alkyyliaminopropyylipropanoliamiini, jossa alkyyli-radikaali sisältää vähemmän kuin 5 hiiliatomia.
8. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukaisen polyuretaanin käyttö tekstiilikuitujen uudelleensaostumisen ja likautumisen esto-aineena.
9. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukaisen polyuretaanin käyttö uudelleensaostumisen ja likautumisen esto-aineena, joka lisätään tekstiiliesineiden pesuun tarkoitettuihin detergenttiseoksiin.
10. Minkä tahansa edellisen patenttivaatimuksen mukaisen polyuretaanin käyttö uudelleensaostumisen ja likautumisen esto-aineena, jota käytetään tekstiiliesineiden pesuvaiheiden lopussa suoritettavassa huuhtelussa.

vaat. 1
johdetaan
tulos

Uudelleensaostuminen

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utläggnings- och patentskrifter:

Suomi - Finland _____

Iso-Britannia - Storbritannien 10 53 131 (108924/22) 127342 (108924/22)

Norja - Norge _____

Ranska - Frankrike _____

Ruotsi - Sverige _____

Saksa - BRD - Tyskland 2547677 (108275/22)

Sveitsi - Schweiz _____

Tanska - Danmark _____

USA 3731238 (10825/22)

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.