



(19) Országkód

**HU**



**MAGYAR  
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR  
SZABADALMI  
HIVATAL**

# SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

**220 097 B**

(21) A bejelentés ügyszáma: P 97 00658

(22) A bejelentés napja: 1997. 03. 26.

(30) Elsőbbségi adatok:

72301/96 1996. 03. 27. JP

255901/96 1996. 09. 27. JP

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

**D 01 D 5/00**

(40) A közzététel napja: 1998. 03. 02.

(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi  
Közlönyben: 2001. 10. 29.

(72) Feltalálók:

Ando, Yusuke, Kurashiki-shi, Okayama (JP)  
Hirakawa, Kiyoshi, Kurashiki-shi, Okayama (JP)  
Tabuchi, Izumi, Kurashiki-shi, Okayama (JP)  
Yamaguchi, Shinji, Kurashiki-shi, Okayama (JP)

(73) Szabadalmas:

Kuraray Co. Ltd., Okayama (JP)

(74) Képviselő:

Schläfer László, DANUBIA Szabadalmi és  
Védjegy Iroda Kft., Budapest

## (54) **Etilén/vinil-alkohol kopolimer szálak és eljárás előállításukra**

KIVONAT

A találmány tárgya keresztkötéses etilén/vinil-alkohol kopolimer szál, ahol a kopolimer 25–70 mol% etilént tartalmaz, valamint ilyen kopolimerből és tetszőleges más termoplasztikus polimerből álló összetett szál, ahol a keresztkötések (1) egyenlettel meghatározott hatékony mennyisége (K%) a (2) egyenletnek felel meg:

$$K(\%) = 1,2 \times \{(27+m)/35\} \times (T_{mk} - T_{mo}) \quad (1), \text{ ahol}$$

m a keresztkötéses egységben található lineáris metilén-csoportok és/vagy metincsoportok számát jelenti,

$T_{mk}$  értéke legalább 2, az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál keresztkötés után mért olvadáspontja (°C),

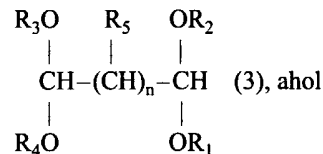
$T_{mo}$  az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál keresztkötés előtt mért olvadáspontja (°C)

$$K(\%) \geq 0,27X + 4,9 \quad (2), \text{ ahol}$$

X az etiléntartalmat (mol%) jelenti.

A találmány kiterjed az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál előállítására, valamint az összetett szál keze-

lésére és festésére, amelynek során legalább egy (3) általános képletű vegyületet tartalmazó oldatot alkalmaznak:



$R_1, R_2, R_3$  és  $R_4$  jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, vagy  $R_1$  és  $R_2$ , és/vagy  $R_3$  és  $R_4$  együtt alkilén-csoportból álló gyűrűt képez,

$R_5$  jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport,

n értéke 2–10,

ahol  $R_1, R_2, R_3, R_4$  és  $R_5$  adott esetben szubsztituens csoportokat hordozhat.

A találmány etilén/vinil-alkohol kopolimer szála vagy egyik komponensként ilyen kopolimert tartalmazó összetett szála vonatkozik, amely szál jó termikus stabilitással rendelkezik, és így nem következik be összetapasztás a szálak között vagy túlzott zsugorodás, ha a szálakat magas hőmérsékleten festik, gőz alatt vasalják, mossák vagy szárítják. A találmány kiterjed az ilyen szál előállítására és festésére.

Az etilén/vinil-acetát kopolimer elszappanosításával előállított etilén/vinil-alkohol kopolimer felhasználható szálak előállítására a molekulában található hidroxilcsoportok miatt. Az így kapott szál a szokásos szintetikus szálak közül kitűnik hidrofil jellegével, szennyeződések-ellenálló tulajdonságával és kellemetlen szagokkal szembeni védettségével. A kopolimer alacsony olvadáspontja és lágyuláspontja miatt azonban az ilyen szálak hátránya, hogy forró víz és gőz esetében gyenge termikus stabilitással rendelkeznek. Emiatt az ilyen kopolimereket összetett szálakban más, termoplasztikus polimerekkel, így poliészterrel, poliamiddal és poliolefinnel kombinálták. A kapott összetett szál javított dimenzionális stabilitással rendelkezik (JP 5846/1981, JP 1372/1980 és JP 84681/1995 számú irat).

Az ismert megoldások részét képezi, hogy a kopolimer hidroxilcsoportjait egy dialdehidvegyülettel acetilezik a festéshez szükséges forró vizes érintkezéssel előtt. Az acetilezett szál megvédi önmagát a festés közben fellépő magas hőmérséklet és nagy nyomás hatására vagy a varrás, vagy gőz alatti vasalás közben bekövetkező bomlástól, mivel az ennek kitett etilén/vinil-alkohol kopolimer részlegesen lágyul meg vagy tapad össze a textiltermék, így szövött anyag, hurkolt anyag és nem-szövött anyag felületén.

Az acetilezés azonban további lépést jelent a festési folyamatban, ami növeli a termelési költségeket. További problémát jelent az acetilezéshez szükséges koncentrált sav által okozott korrózió, a festés mélysége, mivel a festék nehezen hatol be az acetilezett szálaiba, továbbá az acetilezés után visszamaradt reagálatlan dialdehidvegyület által okozott színváltozás és a szál tulajdonságainak egyenletessége. Nagyipari szempontból további nehézséget jelent az acetilezéshez szükséges dialdehidvegyület kiválasztása és az acetilezés megfelelő mértékének megállapítása. Összefoglalva, az acetilezés technológiailag nehezen valósítható meg. Az acetilezés jelenleg olyan szinten van, hogy a színezett textil színe és megjelenése változik a keresztkötések mennyiségétől függően, ezért az ilyen szálak kereskedelmi értéke alacsony.

A találmány feladata a fenti problémák megoldása. A találmány feladata közelebbről olyan etilén/vinil-alkohol kopolimer szál kidolgozása, amely kiválóan ellenáll a gőz alatti vasalásnak. A találmány feladata továbbá olyan, egyik komponensként etilén/vinil-alkohol kopolimert tartalmazó összetett szál kidolgozása, amely mély árnyalatokban egyenletesen festhető, színárnyalata festés után nem változik, és a szál tulajdonságai egyenletesek. A találmány feladata továbbá olyan eljárás kidolgozása, amely lehetővé teszi az ilyen szálak egyszerű és gazdaságos előállítását környezeti problémák nélkül. A találmány feladata továbbá olyan eljárás

kidolgozása, amely lehetővé teszi az ilyen szálak megfestését.

A találmány tárgya tehát keresztkötéses etilén/vinil-alkohol kopolimer szál, amely 25–70 mol% etilént tartalmaz, továbbá etilén/vinil-alkohol kopolimerből és további termoplasztikus polimerből álló összetett szál, ahol a kopolimer a szál felületének részét képezi, amely szálaknál a keresztkötések 1 egyenlettel meghatározott hatékony mennyisége (K%) a 2 egyenletnek felel meg,

$$K(\%) = 1,2 \times \{(27+m)/35\} \times (T_{mk} - T_{mo}) \quad (1),$$

ahol

m a keresztkötéses egységben található lineáris metilén-csoportok és/vagy metincsoportok számát jelenti,

$T_{mk}$  értéke legalább 2, az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál vagy összetett szál esetében az etilén/vinil-alkohol kopolimer olvadáspontja (°C) a keresztkötések kialakítása után,

$T_{mo}$  az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál vagy összetett szálak esetében az etilén/vinil-alkohol kopolimer olvadáspontja (°C) a keresztkötések kialakítása előtt,

$$K(\%) \geq 0,27X + 4,9 \quad (2),$$

ahol

X az etiléntartalmat (mol%) jelenti.

Az 1. ábra az etilén/vinil-alkohol kopolimer szálnak a keresztkötések kialakítása előtt mért olvadáspontját mutatja az etiléntartalom (mol%) függvényében.

A találmány szerint alkalmazott etilén/vinil-alkohol kopolimer egy etilén/vinil-acetát kopolimer elszappanosításának terméke. A kopolimer általában 25–70 mol%, előnyösen 30–50 mol% etilént tartalmaz. Az etilén mennyiségének növelésével (vagy a vinil-alkohol mennyiségének csökkenésével) csökken a hidroxilcsoportok mennyisége. Ennek következtében gyengül a kopolimer hidrofil jellege és szennyeződésekkel szembeni ellenálló képessége. Másrésztől azonban a vinil-alkohol-tartalom túlzott növelésével csökken a kopolimer fonhatósága és húzhatósága az olvadt állapotban történő fonás során (ami a szál elszakadásához vezet, és így gátolja a folyamatos termelést).

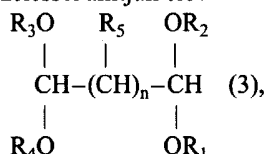
A magas vinil-alkohol-tartalom további hátránya, hogy megnehezíti a magas olvadáspontú termoplasztikus polimerrel, így poliészterrel történő összefonást. Emiatt az összetett szál előállításához magas fonási hőmérsékletre van szükség (lásd később).

Az etilén/vinil-alkohol kopolimer jellemző tulajdonsága, hogy a differenciál pásztázó kalorimetriásan száraz állapotban meghatározott olvadáspont a magasabb hőmérsékletek felé tolódik el a vinil-alkohol mennyiségének növekedésével. Ennek következtében az etilén/vinil-alkohol szál keresztkötések kialakítása előtt mért olvadáspontja ( $T_{mo}$ ) az etiléntartalomtól függ, mint ez az 1. ábrán látható. Ennek alapján feltételezhető, hogy a kristályos szál (keresztkötések kialakítása után) olvadáspontja ( $T_{mk}$ ) szintén az eredeti etiléntartalomtól függ. A keresztkötéses kopolimer szálainak kristályos részeinek etiléntartalma (X mol%) röntgenfrakciometriás mérésel határozható meg (Model DIPP 1000 típusú röntgenleképező készülék és polimerszerkezeti analízisre alkalmas software, mindkettő Mac Science Co., Ltd.). Ez azt jelenti, hogy a keresztkötések

kialakítása előtti kopolimer szálainak olvadáspontja, amely a keresztkötéses kopolimer szálainak kristályos részében mért etiléntartalom alapján becsülhető meg, összhangban van a kopolimer szál 1. ábrán bemutatott olvadáspontjával.

Nyilvánvaló összefüggés van továbbá az egyik komponensként etilén/vinil-alkohol kopolimert tartalmazó összetett szál esetében az olvadáspont és az etiléntartalom között. Az összetett szálban található etilén/vinil-alkohol kopolimer keresztkötések előtti olvadáspontja könnyen becsülhető az etiléntartalom és az összetett szálon belül a keresztkötések kialakítása utáni komponensarány alapján.

A keresztkötéses etilén/vinil-alkohol kopolimer szálat a találmány értelmében 3 általános képletű vegyülettel történő kezeléssel állítjuk elő:



ahol

$R_1, R_2, R_3$  és  $R_4$  jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, vagy  $R_1$  és  $R_2$ , és/vagy  $R_3$  és  $R_4$  együtt alkilén-csoportból álló gyűrűt képez,

$R_5$  jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport,

$n$  értéke 2–10,

ahol  $R_1, R_2, R_3, R_4$  és  $R_5$  adott esetben szubsztituens csoportokat hordozhat.

Az  $R_1$ – $R_4$  jelentésében szereplő alkilcsoport előnyösen 1–4 szénatomos rövid szénláncú alkilcsoport, különösen előnyösen metilcsoport. Az alkilcsoport adott esetben alkilén-oxi-csoporttal, így etilén-oxi-csoporttal szubsztituálva lehet. Emellett  $R_1, R_2, R_3$  és  $R_4$  jelentése lehet azonos vagy különböző alkilcsoport.

A gyűrűt képező alkilén-csoport előnyösen 1–4 szénatomos rövid szénláncú alkilén-csoport. A gyűrűszerkezet stabilitása szempontjából előnyös az 5 vagy 6 tagú gyűrű. Ez azt jelenti, hogy az alkilén-csoport előnyösen etilén-csoport vagy propilén-csoport (amelyek 2 vagy 3 szénatomot tartalmaznak).

Az alkilcsoport és az alkilén-csoport adott esetben szubsztituálva lehet.

Több vegyület alkalmazása esetén  $n$  a keverési arány alapján számolt átlagérték, és ezért nem feltétlenül egész szám.

A keresztkötések kialakítására előnyösen alkalmazható az olyan vegyület, amely elágazásoktól mentes, és amelyeknél  $R_5$  jelentése hidrogénatom. Az alkalmazott vegyület lehet továbbá elágazó láncot tartalmazó vegyület ( $R_5$  jelentése 1–4 szénatomos rövid szénláncú alkilcsoport) és elágazásoktól mentes vegyület elegye. Magas hőmérsékletnek ellenálló szál előállításához előnyösen elágazásoktól mentes vegyületet, vagy főként elágazásoktól mentes vegyületekből álló elegyet alkalmazunk.

Ha  $R_5$  jelentése alkilcsoport, akkor az alkilcsoportok száma megegyezhet  $n$  értékével, de a találmány szempontjából nem szükséges, hogy az összes  $R_5$  csoport helyén alkilcsoport álljon. Lehetséges az is, hogy egyes  $R_5$

csoportok jelentése alkilcsoport, míg a többi jelentése hidrogénatom (vagyis az alkilcsoportok számának és a hidrogénatomok számának összege azonos  $n$  értékével). Az alkilcsoportok lehetnek azonosak vagy különbözőek.

5 A fent említett vegyület rendkívül stabil, mivel mindkét végét alkilcsoportok vagy gyűrűt képező alkilén-csoportok blokkolják. Ezért levegővel (oxigénnel) érintkezve nem oxidálódik. A terminális blokkolás következtében a vegyület gyenge savas körülmények között is acetállá bomlik, ha nagy hőmérsékletnek és nyomásnak tesszük ki. A kapott acetál részt vesz a vízben duzzasztott és hidroxilcsoportokat tartalmazó etilén/vinil-alkohol kopolimer acetilezésében. A dezalkoholizálással járó acetál cserebomlást (keresztkötéses reakció) a továbbiakban acetálbomlásos-regenerációs reakciónak nevezzük.

10 Etilén/vinil-alkohol kopolimerek esetében a keresztkötéseket általában erősen savas körülmények között (így 1–2  $n$  kénsavban) végzik (JP 17015/1991 számú irat). A technika állásával ellentétben a találmány szerinti eljárás során az acetálbomlásos-regenerációs reakciót (a dezalkoholizálással együtt) enyhén savas körülmények között végezzük. Más szavakkal, az etilén/vinil-alkohol kopolimer esetében a keresztkötések kialakítása a találmány értelmében nem egy egyszerű reakció.

15 Az acetálbomlásos-regenerációs reakció növeli a dimenzionális stabilitást, a gőz alatti vasalással szembeni ellenállást, és gátolja a szennyeződés visszaüledését az etilén/vinil-alkohol kopolimer szála. Növeli továbbá a hővel szembeni ellenállást a magas hőmérsékleten végzett festés során, javítja a festés egyenletességét, és az etilén/vinil-alkohol kopolimerből és más termoplasztikus polimerből álló összetett szál kezelhetőségét. Ahhoz, hogy a keresztkötések kialakítása gyakorlati eredménnyel járjon, meg kell állapítani a keresztkötések hatékony mennyiségét.

20 A keresztkötések mennyiségét általában a reakció következtében mért móltömegnövekedés és az elméleti móltömegnövekedés aránya alapján definiálják. Az elméleti móltömegnövekedés akkor következik be, ha az etilén/vinil-alkohol kopolimerben található összes hidroxilcsoport acetileződik. A találmány értelmében azonban a fenti arány helyett a keresztkötések hatékony mennyiségét határozzuk meg, mivel a fent említett hatás szoros összefüggésben van a keresztkötéses egységek hosszával és a szál belső szerkezetével. A találmány értelmében a keresztkötések hatékony mennyiségét a kristályos rész olvadáspontja alapján definiáljuk (az olvadáspont olyan állapotra utal, amelyben a kristályok kötött állapotban vannak).

25 A találmány értelmében a keresztkötések hatékony mennyiségét a fenti 1 egyenlet határozza meg, amelyben  $m$  a lineáris metilén-csoportok és/vagy metilcsoportok számát jelenti a keresztkötéses egységben,

30  $T_{mk}$  értéke legalább 2, az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál vagy összetett szál esetében az etilén/vinil-alkohol kopolimer keresztkötések kialakítása után mért olvadáspontja ( $^{\circ}C$ ), és

35  $T_{mo}$  az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál vagy összetett szál esetében az etilén/vinil-alkohol kopolimer keresztkötések kialakítása előtt mért olvadáspontja ( $^{\circ}C$ ).

Megjegyezzük, hogy a  $T_{mo}$  értéke a kristályos részben mérhető etiléntartalom alapján a fent említett módon becsülhető. A lineáris kifejezés a 3 általános képlet szerinti,  $OR_{1-4}$  csoportokat hordozó két szénatom közötti kötésre vonatkozik.

A keresztkötéses egységben található lineáris metilén-csoportok és/vagy metincsoportok száma ( $m$ ) fontos szerepet tölt be a textiltermékek tulajdonságai, így dimenzionális stabilitása, szennyeződés visszaüledésével szembeni ellenálló képessége, forró víz vagy gőz alatti vasalás hatására bekövetkező túlzott zsugorodással és összetapadással szembeni ellenálló képessége, az egységes festhetőség és a jó kezelhetőség vonatkozásában. Az 1 egyenletben tehát  $m$  értéke a keresztkötések hatékony mennyiségét méri. Ha két minta esetében azonos  $T_{mk} - T_{mo}$  érték, akkor a nagyobb  $m$  értéket mutató minta a keresztkötésekre érzékenyebb. A kis  $m$  értéket mutató mintánál az acetálbomlásos-regenerációs reakciót szigorú körülmények között kell megvalósítani, ami a festéshez használt rozsdamentes acéltartály korrózióját okozó erős savat jelent. Ez korlátozza a találmány szerinti megoldás ipari alkalmazását a fent említett hatás eléréséhez. A képletben  $m$  értéke előnyösen legalább 2, különösen előnyösen legalább 4. Ipari szempontból azonban nem előnyös, ha  $m$  értéke meghaladja a 10-et, mivel a keresztkötések kialakítására alkalmazott vegyület költséges, és vízben rosszul diszpergálható. Az  $m$  értékét ilyen mértékben növelő műveletek az acetálbomlásos-regenerációs reakció szempontjából sem előnyösek. Az ilyen műveletek további hátránya, hogy az acetálbomlásos-regenerációs reakció során egyre több oligomer képződik.

Az  $m$  értéke könnyen meghatározható, ha az acetálbomlásos-regenerációs reakcióval kapott keresztkötéses szál egy mintáján dezacetilézési reakció után, amely felszabadítja az acetálbomlásos-regenerációs reakcióhoz használt vegyületet (aldehidet), folyadékkromatográfiás vizsgálatot végzünk.

A találmány értelmében a keresztkötések hatékony mennyisége ( $K$ ) a 2 egyenletnek felel meg. Ez más szavakkal azt jelenti, hogy a keresztkötések hatékony mennyisége ( $K$ ) szoros összefüggésben van az etilén/vinil-alkohol kopolimer etiléntartalmával. A 2 egyenletnek megfelelő ( $K$ ) hatékony mennyiségű keresztkötést tartalmazó keresztkötéses kopolimer a fent említett előnyös tulajdonságokkal rendelkezik (például dimenzionális stabilitás, szennyeződés visszaüledésével szembeni ellenálló képesség, és forró vízzel és gőz alatti vasalással okozott túlzott zsugorodással és összetapadással szembeni ellenálló képesség).

Az etilén/vinil-alkohol kopolimer forró víz és gőz alatti vasalás esetében nagymértékben zsugorodik, mivel fellazul a kopolimer molekuláris feszültsége. A zsugorodás elkerülése érdekében a molekuláris orientációs keresztkötésekkel oly mértékben befolyásoljuk, hogy az orientációs koeficiens értéke legfeljebb 0,19 legyen. Az orientációs koeficiens a következő egyenlet definiálja.

$$\text{Orientációs koeficiens} = 2(1-D)/(D+2) \quad (4),$$
 ahol

$D$  a szál tengelyére merőleges polarizált fény integrált PAS-intenzitásának és a szál tengelyével párhuzamos polarizált fény integrált PAS-intenzitásának aránya.

- 5 Az orientációs koeficiens polarizált fotoakusztikus spektroszkópiával (PAS) mérjük és számoljuk, ami egy PAS-egységgel és egy polarizáló lemezzel ellátott Fourier-transzformációs infravörös abszorpciós spektroszkópia (FTIR). Az orientációt a molekulalánc tengelyére merőleges sávok kettős színű arányában fejezzük ki. Ezek a sávok a metilén-csoport ( $CH_2$ ) szimmetrikus rezgéséből, a metilén-csoport ( $CH_2$ ) aszimmetrikus rezgéséből és a metincsoport ( $CH$ ) rezgéséből származnak. Mivel ezek a sávok a  $2800-2980 \text{ cm}^{-1}$  tartományba esnek, a számítást a három sáv összes integrált intenzitása alapján végezzük. A kettős színű arány meghatározásához a szál tengelyével párhuzamos polarizált fény PAS-értékének integrált intenzitását a szál tengelyére merőleges polarizált fény PAS-értékének integrált intenzitásával osztjuk. Az orientációs koeficiens a 4 egyenlettel számoljuk ki.

Az acetálbomlásos-regenerációs reakciót befolyásolja a katalizátorként alkalmazott sav koncentrációja. Ezt a hatást közelebbről az alábbi kísérlettel mutatjuk be:

- 25 Egyik komponensként etilén/vinil-alkohol kopolimer tartalmazó összetett szálat a keresztkötések kialakításához 1,1,9,9-tetrametoxi-nonánnal (3 általános képletű vegyület) kezelünk  $100^\circ\text{C}$  hőmérsékleten katalizátorként, különböző koncentrációjú kénsav jelenlétében:

- 30 (1) 15 g/l (0,33 n,  $\text{pH}=1,15$ )  
 (2) 2,25 g/l (0,05 n,  $\text{pH}=1,65$ )  
 (3) 0,9 g/l (0,018 n,  $\text{pH}=1,9$ ).

A keresztkötések hatására az olvadáspont növekedése meghaladja a  $20^\circ\text{C}$  értéket, a savkoncentrációtól függetlenül. A keresztkötéses szálak színe azonban a savkoncentrációtól függően nagymértékben eltér, de a többi tulajdonság (zsugorodás és összetapadás) azonos. Ez azt jelenti, hogy minél nagyobb a savkoncentráció, annál gyengébb a szín kifejlődése.

- 40 A szín kifejlődésében mutatott eltérés feltehetően azzal magyarázható, hogy az acetálbomlásos-regenerációs reakció a szál felületéről indul ki, ha a savkoncentráció túl nagy. Ennek következtében a keresztkötések sűrűsége nagyobb a szál külső rétegében, mint a belső rétegben. Ez a különbség úgynevezett héj-mag szerkezetet eredményez.

Az acetálbomlásos-regenerációs reakció nagy savkoncentráció mellett gyorsan lejátszódik, ami a szálaban nagy, hatékony mennyiségű keresztkötést eredményez.

- 50 Az orientációs koeficiens azonban a keresztkötések hatékony mennyiségének növekedésével csökken.

A találmány értelmében fontos a keresztkötések hatékony mennyisége, de ezt egyensúlyba kell hozni az orientációs koeficienssel. A találmány szerinti megoldásban ezért a keresztkötések hatékony mennyisége a 2 egyenletnek felel meg, és az orientációs koeficiens értéke legfeljebb 0,19, előnyösen legfeljebb 0,16.

- 55 Annak ellenére, hogy a keresztkötések hatékony mennyisége a találmány szempontjából lényeges, az orientációs koeficiens értéke lehet nulla anélkül, hogy a  
 60

szálak tulajdonságai gyakorlati szempontból hátrányosan változnának.

A keresztkötések hatékony mennyiségével szemben támasztott követelmény kielégíthető az acetálbomlásos-regenerációs reakcióban alkalmazott sav koncentrációjának csökkentésével, vagy a kezelési hőmérsékletre történő felmelegítés sebességének csökkentésével, vagy a reaktorban mért reakciósebesség csökkentésével. Ezekkel a paraméterekkel egységes és jól reprodukálható folyamatot állíthatunk be.

Ha a keresztkötések hatékony mennyisége meghaladja a fent említett határt, a kapott szál esetében a szín kifejlődése és mosás közbeni tartóssága csökken, és forró víz és gőz hatására túlzott mértékben zsugorodik.

A találmánnyal összefüggésben alkalmazott acetálbomlásos-regenerációs reakció olyan folyamatot jelent, amelyben az etilén/vinil-alkohol kopolimer a 3 általános képletű vegyületben található valamennyi vagy legalább egy  $OR_{1-4}$  csoporttal reagál.

A találmány szerint alkalmazott etilén/vinil-alkohol kopolimer bármely ismert módszerrel előállítható. Általában gyökös polimerizálást végzünk etilénből és vinil-acetátból kiindulva oldószerben, így metanolban és katalizátor jelenlétében, majd a reagálatlan monomereket eltávolítjuk, a kapott polimert nátrium-hidroxiddal elszappanosítva etilén/vinil-alkohol kopolimerré alakítjuk, a kopolimert víz alatt pelletáljuk, majd mossuk és szárítjuk. Az eljárás hátránya, hogy a kapott kopolimer szennyezőanyagként alkálifémet vagy alkáliföldfémet tartalmaz, amelynek mennyisége meghaladhatja a 100 ppm értéket. Az ilyen szennyezőanyagok (fémionok) mennyiségét előnyösen 100 ppm, különösen előnyösen 50 ppm érték alatt tartjuk, mivel ezek növelik a kopolimer termikus bomlásának veszélyét. A szennyezőanyagok mennyisége csökkenthető, ha a nedves pelletet nagy mennyiségű víz/ecetsav eleggyel, majd tiszta vízzel mossuk.

Az etilén/vinil-alkohol kopolimer előállítható az etilén/vinil-acetát kopolimer nátrium-hidroxidos elszappanosításával is. Az elszappanosítás mértéke előnyösen legalább 95 t%. Ha az elszappanosítás mértéke alacsony, akkor a kopolimerben kevés a kristályos rész, és romlanak a szál alapvető tulajdonságai (például szilárdság). Emellett a kopolimer könnyen lágyl, ami megnehezíti a feldolgozást, és csökkenti a kapott szál és textiltermék kezelhetőségét.

A találmány értelmében a kopolimert önmagában vagy tetszőleges más termoplasztikus polimerrel kombinálva alakítjuk szálakká. Az ilyen termoplasztikus polimerekre példaként említhetők a kristályos polimerek, így poliészter, poliamid és polipropilén, amelyek olvadáspontja legalább 150 °C, és ezért növelik a hővel szembeni ellenálló képességet és a dimenzionális stabilitást.

Poliészterként alkalmazható például olyan szálképező poliészter, amelynek komponensei lehetnek aromás dikarbonsavak, így tereftálsav, izoftálsav, naftalin-2,6-dikarbonsav, ftálsav,  $\alpha,\beta$ -(4-karboxi-fenoxi)-etán, 4,4'-dikarboxi-difenil és nátrium-5-szulfo-izoftalát; alifás dikarbonsavak vagy ezek észterei, így azaleinsav, adipin-

sav és szebacinsav, valamint diolok, így etilén-glikol, dietilén-glikol, 1,3-propán-diol, 1,4-bután-diol, 1,6-hexán-diol, neopentil-glikol, ciklohexán-1,4-dimetanol, polietilén-glikol és poli(tetrametilén-glikol). Előnyösen alkalmazhatók azok a poliészterek, amelyek a szerkezeti egységek között legalább 80 mol% etilén-tereftalát-egységet vagy butilén-tereftalát-egységet tartalmaznak. A poliészter kis mennyiségben adalékanyagot is tartalmazhat, amelyre példaként említhető a fluoreszcens fényesítő adalék, fénytelenítő adalék, UV-fényelnyelő, színezék és lángállósító anyag.

Poliamidként alkalmazhatók például alifás poliamidok, így nylon 6, nylon 66 vagy nylon 12, valamint szemiaromás poliamidok. Ezek kis mennyiségben harmadik komponenst is tartalmazhatnak. A poliamidok kis mennyiségben adalékanyagot tartalmazhatnak, amelyre példaként említhető a fluoreszcens fényesítő adalék, fénytelenítő adalék, UV-fényelnyelő, színezék és lángállósító anyag.

Az etilén/vinil-alkohol kopolimerből és tetszőleges más termoplasztikus polimerből álló összetett szál esetében a két komponens aránya előnyösen 10:90–90:10, ami jó fonhatóságot biztosít. Az összetétel formája nem kritikus, lehet excentrikus héj-mag típusú, laminált típusú, egymás melletti típusú és véletlenszerű. Mivel az összetett szál esetében a megfelelő hidroxil jelleget és kezelhetőséget az etilén/vinil-alkohol kopolimer biztosítja, szükséges, hogy az összetett szál keresztmetszetének kerületi hosszát legalább részben, előnyösen legalább 30 tömeg%-ban az etilén/vinil-alkohol kopolimer képezze.

A találmány értelmében az összetett szálban alkalmazott etilén/vinil-alkohol kopolimer jellemzője, hogy a keresztkötések 1 egyenlettel meghatározott hatékony mennyisége (K%) a 2 egyenletnek felel meg:

$$K(\%) = 1,2 \times \{(27+m)/35\} \times (T_{mk} - T_{mo}) \quad (1),$$

ahol  $m$  a keresztkötéses egységben található lineáris metilén-csoportok és/vagy metincsoportok számát jelenti,

$T_{mk}$  értéke legalább 2, az összetett szálban található kopolimer rész keresztkötések kialakítása utáni olvadáspontját (°C) jelenti,

$T_{mo}$  az összetett szálban található kopolimer rész keresztkötések kialakítása előtti olvadáspontját (°C) jelenti,

$$K(\%) \geq 0,27X + 4,9 \quad (2),$$

ahol

$X$  az etiléntartalmat (mol%) jelenti.

Az  $m$  értéke meghatározható az acetálbomlásos-regenerációs reakcióval kapott összetett szál egy mintáján az acetálbomlásos-regenerációs reakcióhoz használt vegyületet (aldehidet) felszabadító dezacetilező reakció után végzett folyadékkromatográfiai vizsgálattal. Az összetett szálat képező etilén/vinil-alkohol kopolimer olvadáspontját differenciál pásztázó kalorimetriásan (DSC) végezzük, amelynek során az összetett szál alakja ép marad. Az orientációs koefficiens is meghatározható anélkül, hogy az összetett szál alakja sérülne.

A következőkben részletesen ismertetjük az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál vagy az ilyen kopolimer

merből és tetszőleges más termoplasztikus polimerből álló összetett szál esetén a keresztkötések kialakítását (vagyis az acetálbomlásos-regenerációs reakciót):

A hidroxilcsoportokat tartalmazó polimert, így poli(vinil-alkohol)-t és etilén/vinil-alkohol kopolimert a forró vízzel szembeni ellenálló képesség javítása érdekében általában dialdehiddel, így glutáldaldehiddel, glioxállal vagy nonán-diállal acetilezzük, amelynek során keresztkötések alakulnak ki. Az eljárás hátránya azonban, hogy a dialdehid levegőn oxidálódik, és az időben könnyen változik. Ezért a dialdehiddel végzett acetilezés nem kielégítő és alacsony kitermelést eredményez. Emellett a dialdehid irritáló szaga környezeti problémákat vet fel. További probléma, hogy a festéssel együtt alkalmazva a dialdehid az aldehidcsoport redukáló hatása miatt károsítja a festéket, ami lerontja a színezett termék minőségét.

A fenti probléma megoldásához a találmány értelmében az acetilezés (keresztkötések kialakítása) során reagensként 3 általános képletű vegyületet alkalmazunk. Ez a vegyület vízben csak enyhén oldódik, de nemionos felületaktív anyag, így nátrium-dodecil-benzolszulfonát és oxi-alkilénnel módosított policiklikus fenolszulfonsav nátriumsójának alkalmazása mellett vizes emulzió formájában használható. Oldható továbbá víz/alkohol elegyben.

A vegyület koncentrációja általában 10–40 tömeg%, előnyösen 15–30 tömeg% a kezelendő etilén/vinil-alkohol kopolimerre vonatkoztatva.

A vegyületet előnyösen erős savból és erős bázisból képzett szervesen oldható, előnyösen nátrium-szulfát jelenlétében alkalmazzuk, ami szabályozza az acetálbomlásos-regenerációs reakció sebességét, vagy egyidejű festés esetén csökkenti a festék hidrolízisét.

A találmány értelmében megfelelő mennyiségű keresztkötés alakítható ki, ha az acetálbomlásos-regenerációs reakciót katalizátorként erős sav, így kénsav jelenlétében végezzük. Ebben az esetben a sav koncentrációja előnyösen legfeljebb 0,05 n.

A reakcióelegy savassága ásványi savval, így sósavval vagy kénsavval, valamint szerves savval, így ecetsavval, hangyasavval, maleinsavval, borkósavval, laktonsavval, citromsavval, almasavval és szukcinsavval szabályozható. Nem korrozív tulajdonságaik miatt előnyösen alkalmazhatók a szerves savak. A fent említett víz/oldott sav rendszer szilárd savval, így aktivált agyagal vagy ioncserélő gyantával helyettesíthető.

Ha a reakcióelegy legfeljebb pH=1,0 értéket mutat, a reagens oldat a keresztkötéseket elsősorban a kezelendő szál külső rétegében alakítja ki. Ez nem kedvező a keresztkötések hatékony mennyisége szempontjából. Emellett azzal a hátránnyal jár, hogy a szál elszíneződik, illetve besárgul. Egyidejű színezés esetén felmerül a szál elszíntelenedésének és gyenge fényállóságának problémája.

Másrésről azonban a pH=5,0 feletti értékeknél az acetálbomlásos-regenerációs reakció lelassul, ezért emelni kell a hőmérsékletet vagy a kezelési időt. A lassú reakció nem javítja a keresztkötéses szál kezelhetőségét és forró vízzel szembeni ellenálló képességét. Ezért az

acetálbomlásos-regenerációs reakcióhoz pH=2,0–4,0 értéket alkalmazunk, ami a festék védelme szempontjából is előnyös.

Ahhoz, hogy a keresztkötések 1 egyenlettel meghatározott hatékony mennyisége (K%) megfeleljen a 2 egyenletnek, a kezelést általában 100–140 °C között, előnyösen 110–135 °C közötti hőmérsékleten kell végezni. Ha a kezelési hőmérséklet 100 °C alatt marad (a fent említett pH-tartományban), az acetálbomlásos-regenerációs reakció túlságosan lelassul, és a keresztkötések hatékony mennyisége lecsökken, miáltal a kapott textiltermék nehezen kezelhető, és forró vízzel és gőzölős vasalással szembeni ellenálló képessége lecsökken. Ezzel szemben a 140 °C feletti kezelési hőmérsékletek esetén a textiltermék a túlzott zsugorodás miatt merev és nehezen kezelhető.

A találmány értelmében az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál vagy az ilyen kopolimert tartalmazó összetett szál szempontjából fontos a keresztkötések hatékony mennyisége, mert ez biztosítja a kívánt tulajdonságokat, így a magas hőmérsékleten végzett festés, gőzölés, vasalás, mosás és szárítás hatására bekövetkező, összetapadással és zsugorodással szembeni ellenálló képesség, a keresztkötések egységes kialakítása és stabilitás.

A találmány szerinti szál szerkezetének leírása nehéz lenne, mivel mikroszerkezeti szempontból a keresztkötéseket tartalmazó rész amorf. A különböző textiltermékek kezelése a móltömeg-növekedés alapján számolt azonos mennyiségű keresztkötések esetén is eltérő lehet. Ez megnehezíti az egységes textiltermékek előállítását.

Ezért a találmány szerinti megoldásnál vizsgáltuk, hogy az olvadáspont keresztkötések kialakítása miatt bekövetkező növekedését mennyire befolyásolja a 3 általános képletű vegyületben található lineáris metilén-csoportok és/vagy metincsoportok száma. Azt találtuk, hogy a keresztkötések kialakításának hatékonysága arányban van a keresztkötések kialakításához alkalmazott vegyületben található lineáris metilén-csoportok és/vagy metincsoportok számával, még akkor is, ha a keresztkötések kialakításának hatására bekövetkező olvadáspont-növekedés kicsi. Ezt az összefüggést mutatja az 1 egyenlet. Azt találtuk továbbá, hogy a fenti hatás akkor érhető el, ha speciális összefüggés van a keresztkötések hatékony mennyisége és az etilén/vinil-alkohol kopolimer etiléntartalma között.

A találmány értelmében előnyösen úgy járunk el, hogy a fent említett acetálbomlásos-regenerációs reakció előtt egy száraz hőkezelést végzünk az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál vagy az ilyen kopolimerből és tetszőleges más termoplasztikus polimerből álló összetett szál olvadáspontjánál kisebb hőmérsékleten, ami javítja a szál vagy az összetett szál forró vízzel szembeni ellenállóképességét. A száraz hőkezelést előnyösen olyan hőmérsékleten végezzük, amely 5–20 °C értékkel alacsonyabb, mint a kopolimer olvadáspontja. A száraz hőkezelés előnye, hogy elősegíti a kopolimer mikroszerkezetének kristályosodását, és a keresztkötések acetálbomlásos-regenerációs reakcióval történő ki-

alakítása megakadályozza a molekulák mozgását. A keresztkötések ezért csökkentik a szál lágyulását és összetapadását a vasalás és gőzölős vasalás során.

A 3 általános képletű vegyülettel megadott reakciókörülmények között végzett acetálbomlásos-regenerációs reakció nagymértékben javítja az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál, vagy az ilyen kopolimerből és tet-szőleges más termoplasztikus polimerből álló összetett szál meleg vízzel szembeni ellenálló képességét. További előny jár, ha ezt a reakciót a festéssel egyidejűleg végezzük. A kapott termék kívánt esetben elszínteleníthető, és más színű festékekkel újrafesthető. Ez a technika egyaránt alkalmazható világos színű és sötét színű textiltermékek esetén, elsősorban a termoplasztikus polimerként poliamidot és poliésztert tartalmazó összetett szálak esetében. Előfordulhat azonban, hogy a festéket az acetálbomlásos-regenerációs reakcióban katalizátorként alkalmazott sav elbontja. Ilyen esetekben kétlépéses festésre van szükség.

A festéssel egyidejűleg elvégzett acetálbomlásos-regenerációs reakció előnye, hogy csökken a zsugorodás, és a szál sötét árnyalatú színekre is színezhető, mivel a keresztkötéseket a festékmolekulák diffúziójával és lerakódásával egyidejűleg alakítjuk ki. Sötét színárnyalat esetében a festés után végzett acetálbomlásos-regenerációs reakció elszíntelenedést okozhat.

Az etilén/vinil-alkohol kopolimer szál vagy ilyen kopolimert tartalmazó összetett szál mély színárnyalatú festésére fent ismertetett megoldás elsősorban olyan esetekben előnyös, amikor a kopolimer a szál külső rétegét képezi. A megoldás alkalmazható azonban más szerkezetű összetett szálak esetében is, valamint halvány színű festéshez is.

A keresztkötések kialakításának és a festésnek egyidejű megvalósítása előnyös továbbá a folyamat egyszerűsítése szempontjából.

A szokásos dialdehidekkel végzett acetilezés sötét árnyalatú festék esetében nem végezhető el a festéssel egyidőben, mivel az aldehid intenzíven bontja a festéket. Ha a keresztkötések kialakításával egyidejűleg végzett festéshez diszperz festéket használunk, akkor a rendszert savval, így maleinsavval és ecetsavval, pH=2,0–4,0 értékre kell állítani, vagy ammónium-acetáttal kell védeni a hidrolízis ellen. Diszperz festék hidrolízise szervesen sóval, így nátrium-szulfáttal vagy nátrium-kloriddal hatékonyan gátolható.

A keresztkötések kialakítását elősegítő szerként ismert  $\beta$ -naftalinszulfonsav/formaldehid kondenzátum fokozza a meleg vízzel szembeni ellenállást növelő hatást.

A találmány szerinti kezelés megvalósítható szálon, valamint textíliákon, így szövött textíliákon, hurkolt textíliákon és nemszövött textíliákon. A kezelést előnyösen a textílián végezzük, mert az könnyen és a szokásos módszerekkel megvalósítható.

A találmány szerinti szál vagy összetett szál lehet szálköteg vagy egyszálú fonal. Az előbbire példaként említhető az öltőnszövet és nemszövött szövet (száraz, nedves vagy nedves-termikus eljárással történő) előállítására alkalmas szálköteg. A szál vagy összetett szál alkalmazható önmagában vagy más szálakkal kom-

binálva. Természetesen a találmány szerinti megoldás hatásainak kiaknázásához csak korlátozott mértékű keverés lehetséges.

Egyszálú fonalként történő alkalmazás esetén a találmány szerinti szál vagy összetett szál felhasználható alsóruhához, egyenruhához, egészségügyi köpenyhez és felsőruházathoz, mivel a szál jól színezhető és könnyen kezelhető.

A találmány szerinti szál és összetett szál alkalmazható továbbá függönyhöz és textiltapétához.

A találmány szerinti szál vagy összetett szál hibás cémasodrás miatt sokszögű, így ötszögű vagy hatszögű keresztmetszettel is rendelkezhet. Eljárhatunk úgy is, hogy a fonást módosított keresztmetszetű fűvókából végezzük, és így a kapott szál speciális, így több lapból, például 3–8 lapból álló mintájú vagy T vagy U keresztmetszetet mutat.

A találmányt közelebbről az alábbi példákkal mutatjuk be anélkül, hogy az oltalmi kör a példákra korlátozódna. A szál egyes jellemzőit a példákban a következő módszerekkel mérjük:

#### (1) Orientációs koefficiens

Az orientációs koefficiens  $a$  4 egyenlettel számoljuk a szál tengelyével párhuzamos polarizált fény PAS-értékének integrált intenzitásának, és a szál tengelyére merőleges polarizált fény PAS-értékének integrált intenzitásának arányából.

#### (2) Acetilezési reakció aránya (%)

Ezt az arányt a következő egyenlettel számoljuk:

Acetilezési reakció aránya (%) =  $\{(W - W_0)/x\} \times 100$ , ahol

$x$  a keresztkötések kialakítására alkalmas reagens koncentrációja (tömeg%),

$W$  a színezett keresztkötések textília abszolút száraz tömege a festék eltávolítása után mérve,

$W_0$  a textília abszolút száraz tömege színezés és a keresztkötések kialakítása előtt.

A  $W$  meghatározásához a mintát 57 tömeg% vizes piridinoldattal extraháljuk egy Soxhlet-készülékben, majd a festék eltávolítása után a mintát 70 °C hőmérsékleten és 13,3 Pa nyomáson szárítjuk 15 órán keresztül. A  $W_0$  meghatározásához a mintát megfestés és a keresztkötések kialakítása előtt 70 °C hőmérsékleten és 13,3 Pa nyomáson szárítjuk 15 órán keresztül.

#### (3) A szál olvadáspontja (°C)

Az olvadáspontot differenciál pásztázó kalorimetrián (DSC) mérjük, és az endoterm csúcs hőmérsékletében fejezzük ki. A mérés során a mintát 3 percen keresztül 30 °C hőmérsékleten állni hagyjuk, majd 10 °C/perc sebességgel 220 °C hőmérsékletre melegítjük. A keresztkötések nélküli minta olvadáspontját kalibrációs görbéről (1. ábra) olvassuk le, amelyben az olvadáspontot a keresztkötéses szál röntgensugár-diffraktometrián meghatározott etiléntartalmának függvényében ábrázoljuk. Összetett szál esetében az alacsony hőmérsékletű oldal csúcsát tekintjük az etilén/vinil-alkohol kopolimer olvadáspontjának.

#### (4) Dimenzionális változás (%)

A mintát jónak minősítjük, ha dimenzionális változás vizuálisan nem figyelhető meg a mintán a keresztköté-

sek kialakítása előtt és után 90 °C hőmérsékleten mosva (egészségügyi köpenyekre vonatkozó ipari szabvány).

(5) *Szennyeződés visszauledésével szembeni ellenállás*

A mintát 90 °C hőmérsékleten történő mosás után JIS L-0805 (szennyeződésre utaló elszűrődés mértéke) és JIS L-0810 (környezet) módszerrel.

(6) *Hiperkromatikus hatás*

A hatást L\*-értékben fejezzük ki az X, Y, Z háromszoros gerjesztési értékekből és az x, y kromatikus koordinátákból az alábbi egyenlettel:

$$L^* = 116(Y=100)^{1/3} - 16$$

A háromszoros gerjesztési értékeket a színezett minta színképi visszaverődéséből határozzuk meg a JIS Z-8722 szerint egy színanalizátor (C-2000S spektrofotométer) segítségével. Minél kisebb az L\*-érték, annál jobb a hiperkromatikus hatás.

(7) *A kiürítés mértéke (%)*

A fenti értéket az alábbi egyenlettel számoljuk az aceton/víz 1:1 térfogatarányú eleggyel hígított festékoldat festés előtt és után mért fényelnyeléséből.

$$\text{Kiürítés mértéke (\%)} = \{(A-B)/B\} \times 100,$$

ahol

A a hígított festékoldat festés előtt mért maximális fényelnyelése,

B a hígított festékoldat festés után mért maximális fényelnyelése.

(8) *Fényállóság*

A fényállóságot a JIS L-0842 (második megvilágítás módszer) szerint határozzuk meg.

(9) *Gőzölős vasalással szembeni ellenálló képesség*

Ezt az értéket a nyomás alatti zsugorodásban fejezzük ki a JIS L-1042 NI (H-3 módszer) szerint. Az értékelés a következő:

*jó:* nincs tapadás és zsugorodás,

*enyhe:* enyhe tapadás,

*rossz:* nagymértékű tapadás és zsugorodás, ami a mintát merevvé teszi.

*1-6. példa és 1-4. összehasonlító példa*

Etiléntartalmú véletlenszerű kopolimert (mennyiségeket lásd az 1. táblázatban) állítunk elő etilénből és vinil-acetáttól legfeljebb 60 °C hőmérsékleten, oldószerként metanolban végzett gyökös polimerizálással. A kopolimert nátrium-hidroxiddal elszappanosítjuk. Így etilén/vinil-alkohol kopolimert kapunk, ahol az elszappanosítás mértéke legalább 99 t%. A kapott polimert nedves állapotban nagy mennyiségű tiszta vízzel, amely kevés ecetsavat tartalmaz, többször átöblítjük, majd nagy mennyiségű tiszta vízzel mossuk, és így az alkálifémionok és alkáliföldfémionok mennyiségét a kopolimerben mintegy 10 ppm érték alá csökkentjük. A mosott kopolimert dehidratálóban víztelenítjük, majd vákuumban legfeljebb 100 °C hőmérsékleten szárítjuk. A kapott kopolimerben a polimerizálás mértéke 600-1000.

A kopolimert olvadékfonással 1000 m/perc sebességgel és 260 °C fonócső-hőmérséklettel extrudáljuk. A kilépő szálakat a szokásos módon húzzuk. Így többszálú fonalat (75 denier/24 szál) kapunk.

Láncfonalként és vetülékként a kapott többszálú fonalat használva síkszövetet (1/1) állítunk elő. A síkszövetet 80 °C hőmérsékleten és 30 percen keresztül 1 g/l vizes nátrium-hidroxid és 0,5 g/l Actinol R-100 (Matsumoto Yushi Seiyaku Co., Ltd.) oldattal irtelenítjük. Az irtelenített szövetet az acetálbomlásos-regenerációs reakcióhoz alkalmas kezelőoldatba merítjük. Ezután redukáljuk és mossuk.

A kezelőoldat összetétele:

5 g/l tetrametoxi-nonán,

0,5 g/l Labasion (Matsumoto Yushi Co., Ltd., nátrium-dodecil-benzolszulfonátot tartalmazó reagens),

ecetsav, kénsav, hangyasav vagy maleinsav a pH-beállításához.

Fürdőarány 50:1 tf-ban.

Kezelési idő: 40 perc/130 °C.

Redukció és mosás:

1 g/l nátrium-hidrogén-szulfid,

1 g/l nátrium-hidroxid,

1 g/l Amiradine D (Dai-ichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd.).

Redukciós idő: 20 perc/80 °C.

Az 1. táblázatban adjuk meg az acetilezés pH-értékét és hőmérsékletét, valamint a kezelés eredményét.

Az 1. táblázatban szereplő adatokból látható, hogy az egyes mintáknál a keresztkötések hatékony mennyisége nagymértékben változik a kezelési körülményektől függően, még akkor is, ha a kezelést ugyanazzal a tetrametoxi-nonánnal végezzük. Az összehasonlító példák szerinti szálminták minősége nem kielégítő, mivel a dimenzionális változás (90 °C hőmérsékleten történő mosás után) nagy, a minta merev, és 160 °C hőmérsékleten, gőz alatt vasalva összetapad.

*5. összehasonlító példa*

A 3. példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy az acetálbomlásos-regenerációs reakciót tetrametoxi-nonán helyett 5 g/l glutáraldehiddel végezzük. A kezelés pH-értékét és hőmérsékletét, valamint a kapott eredményeket az 1. táblázat mutatja.

Megjegyezzük, hogy az acetilezés aránya nagyon kicsi, a kezelt szál esetében a keresztkötések hatékony mennyisége kicsi, és a szál 120 °C hőmérsékleten, gőz alatt vasalva összetapad és zsugorodik.

*6. összehasonlító példa*

Az 1. példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy az alábbi összetételű kezelőoldatot használjuk. A kapott szövetmintát megvizsgáljuk, az eredményeket az 1. táblázat mutatja. Megjegyezzük, hogy az acetilezés aránya nagyon kicsi, a kezelt szál esetében a keresztkötések hatékony mennyisége kicsi, és a szál 160 °C hőmérsékleten, gőz alatt vasalva összetapad, kezelése merev.

Kezelőoldat összetétele:

3 g/l nonán-diál,

1,5 g/l Labasion,

ecetsav pH-beállításához.

Fürdőarány 50:1 tf-ban

Kezelési idő: 40 perc/130 °C.

Redukció és mosás:

1 g/l nátrium-hidrogén-szulfid,

1 g/l nátrium-hidroxid,

1 g/l Amiradine D.

Redukciós idő: 20 perc/80 °C.

### 7. összehasonlító példa

Az 1. példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy tetrametoxi-nonán helyett 3,1 g/l tetrametoxi-propánt használunk. Az eredményeket az 1. táblázat mutatja.

Megjegyezzük, hogy az acetilezés aránya nagyon kicsi, a kezelt szál esetében a keresztkötések hatékony

mennyisége kicsi (nem éri el a találmány szerinti szintet), a szál kezelése merev, mert magas hőmérsékleten összetapad annak ellenére, hogy 120 °C hőmérsékleten, gőz alatt vasalható.

5

### 8. összehasonlító példa

A 7. összehasonlító példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a kezelő oldatot pH=2,0 értékre állítjuk. A mintánál csökken az olvadáspont, mivel a túlzott mértékű acetilezés roncsolja a kristályos fázist és növeli az amorf fázist. Ennek következtében a minta merev, és 120 °C hőmérsékleten, gőz alatt vasalva összetapad és zsugorodik.

1. táblázat

Példa (összehasonlító példa)	Etiléntartalom (mol%)	Acetálbomlásos-regenerációs reakció								
		Reagens	Sav	pH	T (°C)	A (%)	T <sub>mo</sub> (°C)	T <sub>mk</sub> (°C)	K (%)	B
1.	32	TMN	A.A.	3,5	130	80	183	195	14,0	0,188
2.	32	TMN	F.A.	2,7	130	85	183	198	17,5	0,174
3.	32	TMN	S.A.	2,0	130	90	183	205	25,6	0,085
4.	32	TMN	M.A.	2,4	125	88	183	203	23,3	0,101
5.	45	TMN	S.A.	2,0	115	80	163	182	22,1	0,135
6.	55	TMN	S.A.	2,0	110	65	147	168	24,5	0,112
(1)	32	TMN	S.A.	5,5	130	30	183	187	4,6	0,248
(2)	32	TMN	S.A.	2,0	80	40	183	191	9,3	0,205
(3)*	32	TMN	S.A.	2,0	145	95	183	–	0	0
(4)**	20	TMN	–	–	–	–	–	–	–	–
(5)	32	GA	S.A.	2,0	130	38	183	192	9,8	0,231
(6)	32	NL	A.A.	3,5	130	50	183	190	9,2	0,239
(7)	32	TMP	A.A.	3,5	130	24	183	194	11,4	0,222

(a táblázat folytatása)

Példa (összehasonlító példa)	Mosás (90 °C)			Gőzölös vasalás		
	C	D	E	120 °C	160 °C	180 °C
1.	jó	jó	5–4	jó	jó	jó
2.	jó	jó	5–4	jó	jó	jó
3.	jó	jó	5	jó	jó	jó
4.	jó	jó	5	jó	jó	jó
5.	jó	jó	5	jó	jó	közepes
6.	jó	jó	5–4	jó	közepes	gyenge
(1)	gyenge	tapad	5–4	jó	rossz	nagyon rossz
(2)	gyenge	tapad	5–4	jó	rossz	nagyon rossz

1. táblázat (folytatás)

Példa (összehasonlító példa)	Mosás (90 °C)			Gőzölős vasalás		
	C	D	E	120 °C	160 °C	180 °C
(3)*	–	–	–	–	–	–
(4)**	–	–	–	–	–	–
(5)	jó	jó	4	gyenge	gyenge	rossz
(6)	jó	jó	4	közepes	gyenge	rossz
(7)	jó	jó	4	jó	gyenge	rossz

**Megjegyzések:**

\* A mintát nem vizsgáljuk, mivel kezelése túl merev a gyakorlati felhasználáshoz.

\*\* A minta nem fonható.

TMN: tetrametoxi-nonán

GA: glutáraldehid

NL: nonán-diol

TMP: tetrametoxi-propán

A.A.: ecetsav

F.A.: hangyasav

M.A.: maleinsav

S.A.: kénsav

A: reakciósebesség

B: orientációs koefficiens

C: dimenzionális változás

D: kezelés

E: szennyeződés visszaüledésével szembeni ellenállás

**7. és 8. példa**

Héj-mag típusú összetett szálát állítunk elő A) komponensből (héj) és B) komponensből (mag), ahol az A/B arány 1:1.

**A) komponens:**

Etilén-vinil-alkohol-kopolimer (pelyhes formában), amely 32 mol% etilén-oxidot tartalmaz, az elszappanosítás mértéke 99 t%, olvadáspont: 181 °C.

**B) komponens:**

Poli(etilén-tereftalát) (pelyhes formában), amely 10 mol% izoftálsavat tartalmaz, belső viszkozitása 0,65 (30 °C, fenol/tetraklór-etán 1:1 tömegarányú elegyben).

A fonási hőmérséklet 250 °C, sebesség 1000 m/perc.

A fonott szálakat a szokásos módon háromszor húzzuk forró hengeren (75 °C) és forró lemezen (140 °C). Így összetett, többszálú fonalat kapunk, amelynek értéke 50 denier/24 szál.

Ezt a fonalat láncfonalként (Z-fonás 300 T/m) és vetülékként (Z-fonás 2500 T/m, S-fonás 2500 T/m) használva kreppszatén anyagot állítunk elő a két vetülék váltakozó használatával. A szürke szövet sűrűsége 185 láncfonal/30 mm és 98 vetülék/30 mm.

A 7. példában a szürke szövetet letisztítjuk, majd acetálbomlásos-regenerációs reakciónak vetjük alá (a később megadott kezelőoldattal), és ezzel egyidejűleg festjük, majd redukáljuk és mossuk. A végső beállítást 170 °C hőmérsékleten végezzük.

A 8. példában a szürke szövetet 170 °C hőmérsékleten nyomás nélkül szárazon hőkezeljük, majd letisztítjuk és acetálbomlásos-regenerációs reakciónak vetjük alá (a később megadott körülmények között), és egyidejűleg festjük, majd redukáljuk, mossuk és beállítjuk.

A kapott két feldolgozott szövetet vizsgáljuk, az eredményeket a 2. táblázatban adjuk meg.

**40 Mosóelegy:**

2 g/l szódahamu

0,5 g/l Actinol R-100 (Matsumoto Yushi Seiyaku Co., Ltd.),

90 °C/30 perc.

**45 Kezelőoldat összetétele:**

5 g/l tetrametoxi-nonán,

0,5 g/l Labasion,

15 tömeg% Dianix Tuxed Black HCONC Past festék,

50 1 g/l Disper TL (Meisei Kagaku Kogyo Co., Ltd.),

ecetsav, kénsav vagy hangyasav pH-beállításához.

Fürdőarány: 50:1 tf-ban.

Kezelési idő: 40 perc/135 °C (magas hőmérsékleten folyadékáram).

**55 Redukció és mosás:**

1 g/l nátrium-hidrogén-szulfid,

1 g/l nátrium-hidroxid,

1 g/l Amiradine D,

60 Redukciós idő: 20 perc/80 °C.

### 9. összehasonlító példa

A 8. példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy acetilezőszerként tetrametoxi-nonán helyett 3 g/l nonán-diált használunk. A kapott szövet festése nem kielégítő, mert a festéket a sav elbontja. A szövet fényállósága gyenge a gyakorlati felhasználáshoz.

### 9. példa

A 8. példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy acetilezőszerként tetrametoxi-nonán helyett 5 g/l 1,1,9,9-bisz-etilén-dioxi-nonánt használunk. A színezett szövetet 160 °C hőmérsékleten szárazon hőkezeljük.

A vizsgálati eredményeket a 2. táblázat tartalmazza.

2. táblázat

Példa	Etilén-tartalom (mol%)	Acetálbomlásos-regenerációs reakció								
		Rcagens	Sav	pH	T (°C)	A (%)	T <sub>mo</sub> * (°C)	T <sub>mk</sub> * (°C)	K (%)	B
7.	32	TMN	A.A.	3,8	135	70	182	195	15,1	0,158
	32	TMN	F.A.	2,5	135	75	182	197	17,4	0,159
	32	TMN	S.A.	2,0	135	80	182	200	20,9	0,177
	32	TMN	A.A.	4,6	135	65	182	194	13,9	0,181
8.	32	TMN	A.A.	3,8	135	60	182	200	20,9	0,104
	32	TMN	F.A.	2,5	135	65	182	203	24,3	0,095
	32	TMN	S.A.	2,0	135	70	182	206	27,8	0,066
	32	TMN	A.A.	4,6	135	65	182	194	13,9	0,188
9.	32	BEN	F.A.	2,5	135	83	182	205	26,7	0,053

(táblázat folytatása)

Példa	Vizsgálatok				
	D	F	G	L*	H
7.	jó	83	jó	12,5	5-4
	jó	80	jó	12,6	4
	jó	81	jó	13,1	4
	jó	85	jó	12,1	5
8.	kiváló	79	jó	13,1	5-4
	kiváló	75	jó	13,0	4
	jó	73	jó	13,3	4
	kiváló	80	jó	12,8	5
9.	jó	78	jó	12,8	4-5

#### Megjegyzések:

\*= Az összetett számban található etilén/vinil-alkohol kopolimer olvadáspontja.

TMN: tetrametoxi-nonán

BEN: 1,1,9,9-bisz-etilén-dioxi-nonán

A.A.: ecetsav

F.A.: hangyasav

S.A.: kénsav

F: kiürítés mértéke

G: színezés mértéke

H: fényállóság

### 10. példa

A 8. példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy 44 mol% etilént tartalmazó etilén/vinil-alkohol kopolimert használunk, és savas katalizátorként maleinsavat alkalmazunk. A színezett szövetet 160 °C hőmérsékleten szárazon hőkezeljük. Az eredményeket a 3. táblázatban adjuk meg.

60

**11. és 12. példa**

A 10. példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy acetilezőszerként 5 g/l 1,1,9,9-bisz-etilén-dioxi-nonánt használunk. Az eredményeket a 3. táblázatban adjuk meg.

**13. példa**

A 9. példában leírt módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy savas katalizátorként maleinsavat használunk, és a kezelést 130 °C hőmérsékleten végezzük. Az eredményeket a 3. táblázatban adjuk meg.

5

**3. táblázat**

Példa	Etilén-tartalom (mol%)	Acetálbomlásos-regenerációs reakció								
		Reagens	Sav	pH	T (°C)	A (%)	T <sub>mo</sub> * (°C)	T <sub>mk</sub> * (°C)	K (%)	B
10.	44	TMN	M.A.	2,4	120	80	165	183	20,9	0,108
11.	44	BEN	M.A.	2,4	120	80	165	183	20,9	0,073
12.	44	BEN	M.A.	1,8	125	90	165	182	19,7	0,008
13.	32	BEN	M.A.	2,4	130	95	183	205	26,7	0,014

(táblázat folytatása)

Példa	Vizsgálatok				
	D	F	G	L*	H
10.	kiváló	78	jó	13,9	5-4
11.	kiváló	82	jó	13,6	5-4
12.	kiváló	86	jó	13,0	4
13.	kiváló	88	jó	12,8	5-4

**Megjegyzések:**

\* = Az összetett számban található etilén/vinil-alkohol kopolimer olvadáspontja.

TMN: tetrametoxi-nonán

BEN: 1,1,9,9-bisz-etilén-dioxi-nonán

M.A.: maleinsav

**14-16. példa**

Osztható rétegű összetett szálát állítunk elő A) komponensből (6 réteg) és B) komponensből (5 réteg), ahol az A/B arány 2:1.

**A) komponens:**

Etilén/vinil-alkohol kopolimer (pelyhes formában), amely 44 mol% etilént tartalmaz, az elszappanosítás mértéke 99 t%, olvadáspont 165 °C.

**B) komponens:**

Polietylén-tereftalát (pelyhes formában), amelynek belső viszkozitása 0,62 (30 °C, fenol/tetraklór-etán 1:1 tömegarányú elegy).

A fonási hőmérséklet 250 °C, a sebesség 1000 m/perc.

A fonott szálakat a szokásos módon háromszor húzzuk forró hengeren (75 °C) és forró lemezen (140 °C). A kapott összetett, többszálú fonál értéke 50 denier/24 szál.

A fonalat láncfonalként és vetülékként alkalmazva 2/1 sávoly szövetet állítunk elő. A szövetet 80 °C hőmérsékleten tisztítjuk, 110 °C hőmérsékleten szárítjuk és 155 °C hőmérsékleten előzetesen beállítjuk. Az előzetesen beállított szövetet 20 g/l nátrium-hidroxiddal kezel-

jük 90 °C hőmérsékleten, amelynek során redukcióval és megosztással kialakítjuk a szövet végső mikroszerkezetét.

A kapott szövetet színezőoldatba merítjük és ezzel egyidejűleg acetálbomlásos-regenerációs reakciónak vetjük alá, majd redukáljuk, mossuk és szárítjuk.

A színezett szövetet vizsgáljuk, az eredményeket a 4. táblázatban adjuk meg.

**Kezelőoldat összetétele:**

15 tömeg% 1,1,9,9-bisz-etilén-dioxi-nonán,  
0,5 g/l Labasion,

15 tömeg% Dianix Blue BG-FS 200 New festék,

ecetsav, kénsav vagy maleinsav pH-beállításához.

Fürdőarány: 50:1 tf-ban.

Kezelési idő: 40 perc/115 °C (magasabb hőmérsékleten folyadékáram).

**Redukció és mosás:**

1 g/l nátrium-hidrogén-szulfid,

1 g/l nátrium-hidroxid,

1 g/l Amiradine D.

Redukciós idő: 20 perc/80 °C.

### 10–12. összehasonlító példa

A 14. példában bemutatott módon járunk el, azzal a különbséggel, hogy a 4. táblázatban megadott savkatalizátort, pH-értéket és hőmérsékletet alkalmazzuk. A színezett szövet vizsgálati eredményeit a 4. táblázat mutatja.

Megjegyezzük, hogy a különösen nagy koncentrációjú savkatalizátor túlzott zsugorodást vált ki, ezért a szövet a gyakorlati alkalmazáshoz túl merev. Megjegyezzük továbbá, hogy a túlságosan magas kezelési hőmérséklet miatt a szál amorf, és ezért a szövet merev és nehezen kezelhető.

4. táblázat

Példa	Etilén-tartalom (mol%)	Acetárbomlásos-regenerációs reakció									
		Reagens	Sav	pH	T (°C)	A (%)	T <sub>mo</sub> * (°C)	T <sub>mk</sub> * (°C)	K (%)	B	D
14.	44	BEN	A.A.	4,5	115	75	165	179	16,3	0,189	jó
15.	44	BEN	F.A.	1,5	115	90	165	190	29,1	0,035	jó
16.	44	BEN	M.A.	2,0	115	85	165	183	21,0	0,087	jó
(10)	44	BEN	A.A.	5,5	90	20	165	176	13,0	0,250	tapad
(11)	44	BEN	M.A.	2,0	145	95	165	–	–	–	zsugorodik*
(12)	44	BEN	S.A.	0,5	115	95	165	–	–	–	merev**

#### Megjegyzések:

BEN: 1,1,9,9-bisz-etilén-dioxi-nonán

\*: amorf állapotba történő átmenet miatt

\*\* : a túlzott zsugorodás miatt

A.A.: ecetsav

F.A.: hangyasav

M.A.: maleinsav

S.A.: kénsav

### 17. példa

Rétegzett típusú összetett szálát állítunk elő A) komponensből és B) komponensből, ahol az A/B arány 1:1.

#### A) komponens:

Etilén/vinil-alkohol kopolimer (pelyhes formában), amely 44 mol% etilént tartalmaz, az elszappanosítás mértéke 99 t%, olvadáspont 165 °C.

#### B) komponens:

Polietylén-tereftalát (pelyhes formában), amelynek belső viszkozitása 0,65.

A két komponens külön extruderekben megolvasztjuk, és az olvadékat statikus keverőben (két részlet, 6 elem) rétegesen összekeverjük. A keveréket fonócsőből 900 m/perc sebességgel fonjuk.

A fonott szálakat 2,62-szeresre húzzuk egy első 75 °C hőmérsékletű és egy második 85 °C hőmérsékletű fürdőben. Így 3 denier értékű szálakat kapunk. A szálakat a szokásos módon zsugorítjuk, majd 3 denier értékű szálakra vágjuk (54 mm).

A szálköteget 100 g/m<sup>2</sup> tömegű kártolt szövet alá alakítjuk, és a kártolt szövetet vízszugárral összefonjuk. A szálak a nagynyomású vízszugár (80 kg/cm<sup>2</sup>) hatására könnyen rostokká alakulnak. A kártolt szövet elő-

állításakor laminális szétválás miatti rostosodás nem következik be. A szövetet 100 °C hőmérsékleten szárítva fonott rostokból álló nemszövött anyagot kapunk.

A nemszövött anyagot kereszttekéseket alakítunk ki, és ezzel egyidejűleg megfestjük a 16. példában leírt módon. A festést 115 °C hőmérsékleten 40 percen keresztül végezzük. A festett anyagot bolyhozzuk és 165 °C hőmérsékleten beállítjuk. Így lágyfogású bolyhos, nemszövött anyagot kapunk.

Ez a nemszövött anyag kiválóan ellenáll a gőzölős vasalásnak és az ismételt ipari mosásnak, és előnyösen alkalmazható jó vízfelszívó-képességű, tartós törlőruhaként.

Mint fent említettük, a találmány szerinti megoldás etilén/vinil-alkohol kopolimer szálra vonatkozik, amely kiválóan ellenáll a gőzölős vasalásnak, valamint egyik komponensként ilyen kopolimert tartalmazó összetett szálra vonatkozik, amely környezeti problémák nélkül festhető, és a szín az elszíntelenedés veszélye nélkül jól kifejleszthető. Az összetett szálból előállított textília kiválóan ellenáll a gőzölős vasalásnak, és öltönyként és élő anyagként alkalmazható.

## SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Keresztkötéses etilén/vinil-alkohol kopolimer szálok, ahol a kopolimer 25–70 mol% etilént tartalmaz, *azzal jellemezve*, hogy a keresztkötések (1) egyenlettel meghatározott hatékony mennyisége (K%) a (2) egyenletnek felel meg:

$$K(\%) = 1,2 \times \{(27+m)/35\} \times (T_{mk} - T_{mo}) \quad (1),$$

ahol

m a keresztkötéses egységben található lineáris metilén-csoportok és/vagy metincsoportok számát jelenti,

$T_{mk}$  értéke legalább 2, az etilén/vinil-alkohol kopolimer szálok keresztkötés után mért olvadáspontja (°C),

$T_{mo}$  az etilén/vinil-alkohol kopolimer szálok keresztkötés előtt mért olvadáspontja (°C)

$$K(\%) \geq 0,27X + 4,9 \quad (2),$$

ahol

X az etiléntartalmat (mol%) jelenti.

2. Etilén/vinil-alkohol kopolimerből, amelynek etiléntartalma 25–70 mol%, és tetszőleges más termoplasztikus polimerből álló összetett szálok, *azzal jellemezve*, hogy az etilén/vinil-alkohol kopolimerben a keresztkötések (1) egyenlettel meghatározott hatékony mennyisége (K%) a (2) egyenletnek felel meg:

$$K(\%) = 1,2 \times \{(27+m)/35\} \times (T_{mk} - T_{mo}) \quad (1),$$

ahol

m a keresztkötéses egységben található lineáris metilén-csoportok és/vagy metincsoportok számát jelenti,

$T_{mk}$  értéke legalább 2, az etilén/vinil-alkohol kopolimer szálok keresztkötés után mért olvadáspontja (°C),

$T_{mo}$  az etilén/vinil-alkohol kopolimer szálok keresztkötés előtt mért olvadáspontja (°C)

$$K(\%) \geq 0,27X + 4,9 \quad (2),$$

ahol

X az etiléntartalmat (mol%) jelenti.

3. Az 1. igénypont szerinti etilén/vinil-alkohol kopolimer szálok, *azzal jellemezve*, hogy a (4) egyenlettel meghatározott orientációs koeficiens értéke legfeljebb 0,19:

$$\text{Orientációs koeficiens} = 2(1-D)/(D+2) \quad (4),$$

ahol

D a szálok tengelyére merőleges polarizált fény integrált PAS-intenzitásának és a szálok tengelyével párhuzamos polarizált fény integrált PAS-intenzitásának aránya.

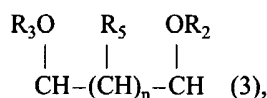
4. A 2. igénypont szerinti összetett szálok, *azzal jellemezve*, hogy az etilén/vinil-alkohol kopolimer (4) egyenlettel meghatározott orientációs koeficiense legfeljebb 0,19:

$$\text{Orientációs koeficiens} = 2(1-D)/(D+2) \quad (4),$$

ahol

D a szálok tengelyére merőleges polarizált fény integrált PAS-intenzitásának és a szálok tengelyével párhuzamos polarizált fény integrált PAS-intenzitásának aránya.

5. Eljárás etilén/vinil-alkohol kopolimer szálok előállítására, *azzal jellemezve*, hogy egy etilén/vinil-alkohol kopolimer szálat, amely 25–70 mol% etilént tartalmaz, legalább egy (3) általános képletű vegyületet tartalmazó oldattal kezelünk savas körülmények között, pH=1,0–5,0 értéken, 100–140 °C hőmérsékleten és nyomás alatt:



ahol

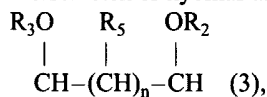
$R_1, R_2, R_3$  és  $R_4$  jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, vagy  $R_1$  és  $R_2$ , és/vagy  $R_3$  és  $R_4$  együtt alkilén-csoportból álló gyűrűt képez,

10  $R_5$  jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport,

n értéke 2–10,

ahol  $R_1, R_2, R_3, R_4$  és  $R_5$  adott esetben szubsztituens csoportokat hordozhat.

15 6. Eljárás etilén/vinil-alkohol kopolimerből, amely 25–70 mol% etilént tartalmaz, és tetszőleges más termoplasztikus polimerből álló összetett szálok kezelésére, ahol a kopolimer a szálok felületének részét képezi, *azzal jellemezve*, hogy a kezelést legalább egy (3) általános képletű vegyületet tartalmazó oldattal végezzük savas körülmények között, pH=1,0–5,0 értéken, 100–140 °C hőmérsékleten és nyomás alatt:



ahol

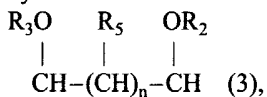
$R_1, R_2, R_3$  és  $R_4$  jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, vagy  $R_1$  és  $R_2$ , és/vagy  $R_3$  és  $R_4$  együtt alkilén-csoportból álló gyűrűt képez,

30  $R_5$  jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport,

n értéke 2–10,

ahol  $R_1, R_2, R_3, R_4$  és  $R_5$  adott esetben szubsztituens csoportokat hordozhat.

40 7. Eljárás etilén/vinil-alkohol kopolimerből, amely 25–70 mol% etilént tartalmaz, és tetszőleges más termoplasztikus polimerből álló összetett szálok festésére, ahol a kopolimer a szálok felületének részét képezi, *azzal jellemezve*, hogy az összetett szálat a festéssel egyidejűleg legalább egy (3) általános képletű vegyületet tartalmazó oldattal kezeljük savas körülmények között, pH=1,0–5,0 értéken, 100–140 °C hőmérsékleten és nyomás alatt:



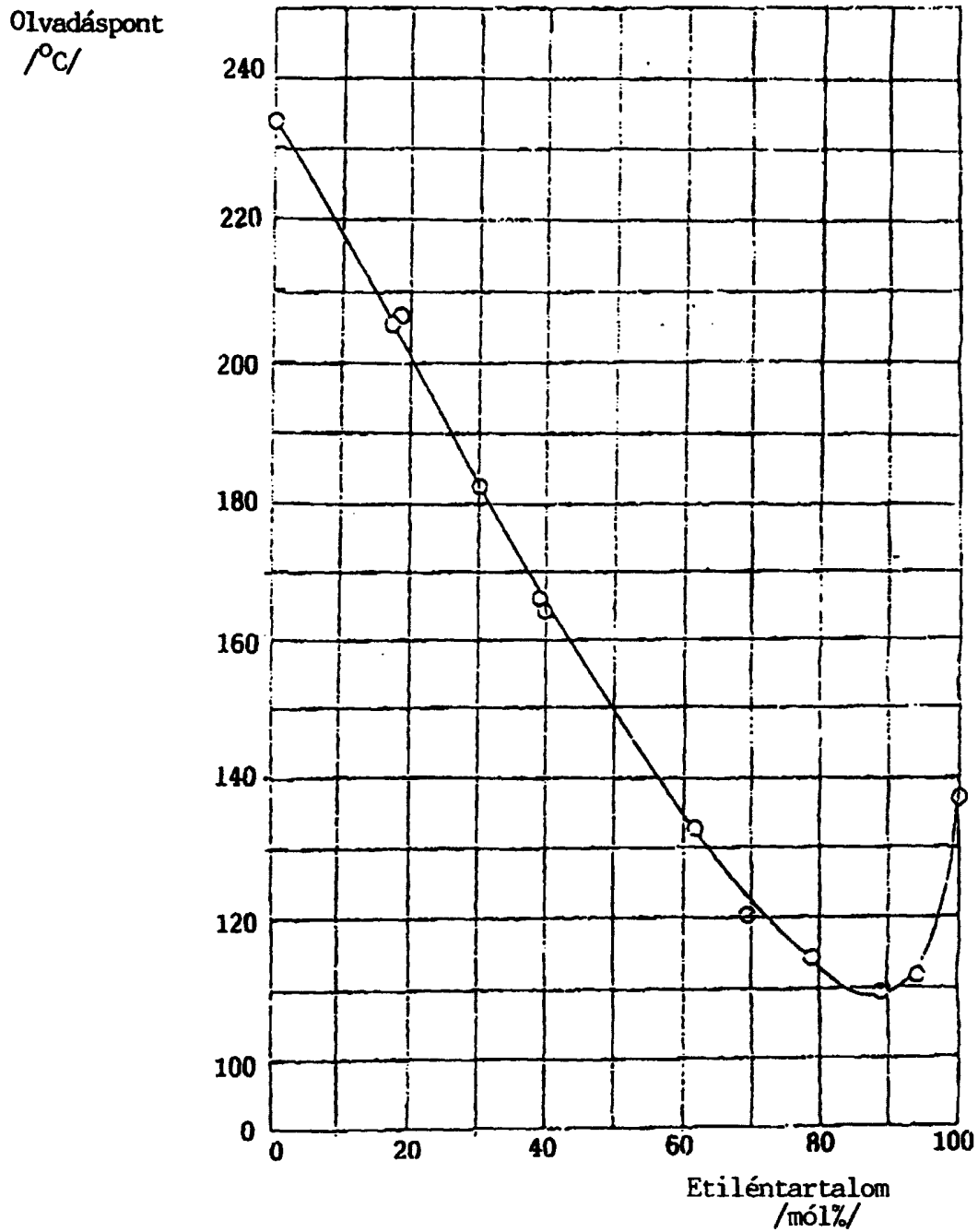
ahol

$R_1, R_2, R_3$  és  $R_4$  jelentése 1–4 szénatomos alkilcsoport, vagy  $R_1$  és  $R_2$ , és/vagy  $R_3$  és  $R_4$  együtt alkilén-csoportból álló gyűrűt képez,

55  $R_5$  jelentése hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkilcsoport,

n értéke 2–10,

ahol  $R_1, R_2, R_3, R_4$  és  $R_5$  adott esetben szubsztituens csoportokat hordozhat.



1. ábra