

(19)



REPUBLIKA SLOVENIJA
Urad RS za intelektualno lastnino

(10) **SI 21189 A**

(12)

PATENT

(21) Številka prijave: **200200082**

(51) MPK: **D06M 11/38 , D06P 3/54**

(22) Datum prijave: **25.03.2002**

(45) Datum objave: **31.10.2003**

(72) Izumitelji: **GORENŠEK Marija, 6320 Portorož, SI;**
RECELJ Petra, 8310 Šentjernej, SI;
ŽIGON Majda, 1120 Ljubljana, SI

(73) Imetnika: **Univerza v Ljubljani,**
Naravoslovnotehniška fakulteta,
Oddelek za tekstilstvo,
Snežniška 5, 1000 Ljubljana, SI ;
Kemijski inštitut, Hajdrihova 19, 1000 Ljubljana, SI

(74) Zastopnik: **Marjan Pipan, ing. el., Kotnikova 5, 1000 Ljubljana, SI**

(54) **METODA PREDOBDELAVE POLIESTRA ZA ZNIŽANJE IZLOČANJA OLIGOMEROV
PRI VISOKOTEMPERATURNEM KISLEM BARVANJU Z DISPERZIJSKIMI BARVILI**

(57) Predmet izuma je metoda predobdelave poliestra za znižanje izločanja oligomerov pri visokotemperaturnem kislem barvanju z disperzijskimi barvili in sestava predobdelovalne kopeli za poliestra, ki ga želimo barvati po konvencionalnem kislem postopku v aparatih pri visokih temperaturah. Metoda temelji na 15 do 30 minutni obdelavi poliestra v alkalni kopeli pri 130 stopinjah Celzija in trikratnem spiranju v vroči

mehki vodi pred konvencionalnim kislim barvanjem poliestra pri temperaturah 130 do 135 stopinj Celzija. Alkalna kopel sestoji iz ustrezne količine alkalij ali odgovarjajočih pufrnih zmesi. S predobdelavo v alkalni kopeli znižamo izločanje oligomerov iz poliestra pri kislem barvanju pri 135 stopinjah Celzija za 44%. Tako znižanje zagotavlja nemoten barvalni proces poliestra v kislem mediju.

SI 21189 A

UNIVERZA V LJUBLJANI, Naravoslovnotehniška fakulteta, Oddelek za
tekstilstvo, Ljubljana

KEMIJSKI INŠTITUT, Ljubljana

5

**METODA PREDOBDELAVE POLIESTRA ZA ZNIŽANJE IZLOČANJA
OLIGOMEROV PRI VISOKOTEMPERATURNEM KISLEM BARVANJU Z
DISPERZIJSKIMI BARVILI**

10

Predmet izuma je metoda predobdelave poliestra za znižanje izločanja oligomerov pri visokotemperaturnem kislem barvanju z disperzijskimi
15 barvili in sestava predobdelovalne kopeli za poliester, ki ga želimo barvati po konvencionalnem kislem postopku v aparatih pri visokih temperaturah. Tehnični problem pri običajnem visokotemperaturnem kislem barvanju poliestra predstavljajo nižjemolekulske etilenglikoltereftalatne frakcije ali oligomeri, ki pri visoki temperaturi barvanja difundirajo iz notranjosti na
20 površino poliestrnih vlaken in se posedajo na obarvan material, ali pa se delno dispergirajo v barvalni kopeli. Gre namreč za ravnotežni proces, ko se pri temperaturi barvanja te nižjemolekulske frakcije zaradi razlik v topnosti v polimerni talini in v barvalni kopeli izločajo iz vlaken.

V sklopu oligomerov se izločajo tako linearne, kot ciklične frakcije, pri čemer je najbolj nezaželeno frakcija ciklični trimer. Ta se kot kristalini prah s tališčem 316 – 325° C poseda tudi na vitalne dele barvalnih aparatov. Spada med tiste oligomere, ki so v vodi netopni. Oligomeri ostajajo na blagu kot bel oprh, saj jih disperzijska barvila ne obarvajo.

Odvisno od načina izdelave poliestra se pri poliestrih različnih proizvajalcev pri hidrotermičnih obdelavah izloča različna količina oligomerov. Plemenitilnice imajo zaradi tega pojava velike težave, ki so ekonomske narave. Tako pobarvan material je potrebno čistiti, pri čemer je pogosto čiščenje blaga zamudno in nepopolno, čistiti pa je potrebno tudi barvalnike, kar predstavlja veliko izgubo obratovalnega časa. Pri predelavi poliestra se včasih izloča toliko oligomerov, da predstavlja prah tudi zdravstven problem.

Proizvajalci disperzijskih barvil poskušajo problem z oligomeri rešiti z vpeljavo alkalnega barvanja. Pri tem pa ni na voljo zadosti alkalno obstojnih disperzijskih barvil, da bi v barvarnah lahko enostavno zamenjali že utečene barvne tone na poliestru dobljene z disperzijskimi barvili po kislem postopku s tako nepopolno paleto izbranih alkalno obstojnih barvil.

Metoda predobdelave poliestra za znižanje izločanja oligomerov pri visokotemperaturnem kislem barvanju z disperzijskimi barvili po izumu, omogoča barvanje po utečenem kislem visokotemperaturnem barvalnem postopku tudi take poliestrne materiale iz katerih se izloča pri tem velika količina oligomerov. Metoda temelji na predobdelavi poliestrne tkanine v

alkalni kopeli pH 11,5 – 12,2 pri 130 °C in sledečem trikratnem spiranju v mehki vroči vodi. Alkalno kopel pripravimo z ustrezno količino alkalije ali odgovarjajočih pufrnih zmesi. Tako predobdelan poliester je nato možno barvati z disperzijskimi barvili v kislem mediju, ne da bi pri barvanju zasledili težave povezane z oligomeri.

V alkalni kopeli pH 11,5 – 12,2 pri 130° C se topi precejšnja količina oligomerov, površina poliestra pa se rahlo jedka, postane bolj gladka in dobi lepši lesk.

Fizikalno mehanske lastnosti se pri tem ne poslabšajo. V primerjavi z lastnostmi po slepem alkalnem barvanju, ko se poliestrni tkanini poveča raztezek pri pretrgu po osnovi, pri tej predobdelavi poliestrne tkanine nismo zaznali bistvenih sprememb trdnosti pri pretrgu in raztezka pri pretrgu.

Z namenom, da bi nazorno prikazali učinek v pričujoči prijavi razložene metode, podajamo naslednji primer.

PRIMER 1:

Uporabljena je 100 % poliestrna tkanina, ki je oprana s Teoponom K (Teol) pri 60° C in pri 40° C, ter dvakrat sprana z vodo sobne temperature. Po pranju je bila tkanina 45 sek. termofiksirana pri 190° C.

Tako pripravljeno tkanino smo alkalno predobdelali v laboratorijskem barvalniku Mathis JFL pri kopelnem razmerju 1:10. Za pripravo predobdelovalne kopeli smo uporabili mehko vodo. Predobdelava v kopeli

z 1 g/l NaOH (pH 12) je potekala 30 min. pri 130° C. Sledilo je trikratno spiranje tkanine v vreli mehki vodi. Alkalno predobdelano tkanino smo nato barvali pri 135° C v slepi kisli kopeli, ki je vsebovala : 1 ml/l Eganal PS (Hoechst), 2 ml/l Lubit RL (Sybron / Tanatex) in CH₃COOH 99-
5 100% (J. T. Baker) do pH vrednosti kopeli pH 4,5-5. Barvanje je potekalo po barvalnem diagramu, ki ga priporoča firma DyStar za barvanje z Dianix AD barvili. Po barvanju smo tkanino štirikrat spirali v 40° C topli mehki vodi. Na tako obdelani tkanini smo nato z ekstrakcijo vzorcev poliestrne tkanine s petroletrom in z diklorometanom gravimetrično določili vsebnost
10 oligomerov (metoda prirejena po DIN 54278-1).

Dokazali smo, da smo s 30 minutno alkalno predobdelavo poliestrne tkanine pred kislim barvanjem pri 135° C znižali vsebnost oligomerov za 44% glede na tkanino barvano po kislem barvalnem postopku pri 135° C. Prisotnost oligomerov v ekstraktu smo potrdili z gelsko prepustnostno
15 kromatografijo (GPC) in tetrahidrofuranom kot eluentom. S to metodo smo ugotovili, da je v vseh ekstraktih prisotnega največ cikličnega trimera, vendar se delež le tega spreminja glede na način obdelave. Pri alkalno preobdelani poliestrni tkanini je tudi delež cikličnega trimera v ekstraktu oligomerov za skoraj 7% nižji kot pri kislo barvani tkanini pri 135° C, kar pri
20 44 % nižji vsebnosti skupnih oligomerov predstavlja 51,79 % manj cikličnega trimera.

Kot dokaz, da alkalna predobdelava pred kislim barvanjem ne vpliva na spremembo barvnega tona podajamo barvnometrične vrednosti izmerjene

Lice poliestrne tkanine : DL* Da* Db* DC* DH* DE*

0,22 0,11 -0,24 0,11 -0,24 0,35

Hrbtna stran poliestrne tkanine: DL* Da* Db* DC* DH* DE*

10 0,29 0,18 -0,14 0,18 -0,14 0,38

Barvnometrične vrednosti so srednja vrednost treh meritev na svetlordeče pobarvanih poliestrnih tkaninah. Rezultat $DE^* < 1$ pomeni, da naše oko spremembe v obarvanosti ne zazna. Vrednosti $DE^* 0,35$ in $DE^* 0,38$ sta zelo nizki, kar potrjuje enako obarvanost. Odstranjevanje oligomerov s to metodo ne vpliva na spremembo obarvljivosti in barvnega tona poliestrne tkanine pri kislem visokotemperaturnem barvanju.

S predobdelavo v alkalni kopeli znižamo izločanje oligomerov iz poliestra pri kislem barvanju pri 135° C za 44%. Tako znižanje zagotavlja nemoten barvalni proces poliestra v kislem mediju. Pri alkalnem barvanju se vsebnost oligomerov sicer zniža za 62%, vendar za njegovo izvedbo danes še ni na voljo dovolj v alkalnem stabilnih disperzijskih barvil. Z opisano predobdelavo in kasnejšim kislim barvanjem dobi poliester lep

sijaj in svilen otip. Togost tako obdelanega poliestra se v primerjavi z običajno kislom barvanim poliestrom močno zniža, kar mu daje mehkejši otip.

Fizikalno mehanske lastnosti poliestrne tkanine se ne poslabšajo.

- 5 Metoda po izumu je posebno priporočljiva pri barvanju poliestrnih zaves v atlas in drugih vezavah, podlog za plašče in obleke, poliestrnih tkanin za oblačila in poliestrnih sukancev.

10

Za:

UNIVERZA V LJUBLJANI

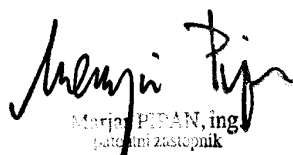
Naravoslovnotehniška fakulteta,

Oddelek za tekstilstvo, Ljubljana

15

KEMIJSKI INŠTITUT

Ljubljana



Marija Pijan, ing.
poverljivi zastopnik

20

PATENTNA ZAHTEVKA

1. Metoda predobdelave poliestra za znižanje izločanja oligomerov pri visokotemperaturnem kislem barvanju z disperzijskimi barvili,
- 5 **označena s tem,**
- da je poliester obdelan 15 do 30 minut v alkalni kopeli pH 11,5 – 12,2 pri 130° C in nato trikrat spiran v vroči mehki vodi pred konvencionalnim kislim barvanjem pri temperaturah 130 do 135° C.
- 10 2. Metoda predobdelave poliestra za znižanje izločanja oligomerov pri visokotemperaturnem kislem barvanju z disperzijskimi barvili, po zahtevku 1,
- označena s tem,**
- da alkalna kopel sestoji iz za PH vrednosti od 11,5 do 12,2 ustrezne
- 15 količine alkalijske ali pufrne zmesi in da je pripravljena z mehko vodo.

Za:

UNIVERZA V LJUBLJANI

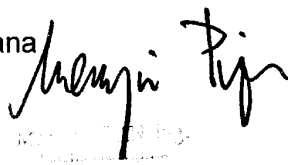
Naravoslovnotehniška fakulteta,

Oddelek za tekstilstvo, Ljubljana

20

KEMIJSKI INŠTITUT

Ljubljana



Marija Fijer