



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년03월09일

(11) 등록번호 10-1500764

(24) 등록일자 2015년03월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
A47G 27/02 (2006.01) **D06M 11/62** (2006.01)
D06M 11/45 (2006.01) **D06M 11/46** (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2009-7002363
 (22) 출원일자(국제) 2007년07월11일
 심사청구일자 2012년07월11일
 (85) 번역문제출일자 2009년02월05일
 (65) 공개번호 10-2009-0028809
 (43) 공개일자 2009년03월19일
 (86) 국제출원번호 PCT/US2007/015753
 (87) 국제공개번호 WO 2008/020933
 국제공개일자 2008년02월21일
 (30) 우선권주장
 60/830,941 2006년07월13일 미국(US)
 (56) 선행기술조사문헌
 JP2004142243 A
 JP2002309486 A

(73) 특허권자
이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니
 미합중국 델라웨어주 (우편번호 19898) 월밍톤시
 마마켓 스트리트 1007
 (72) 발명자
창, 징, 씨.
 미국 19061 펜실베이니아주 부쓰윈 헌트 미트 레인
 12
베어, 스티븐, 디.
 미국 19805 델라웨어주 월밍턴 브룩랜드 에비뉴 7
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
양영준, 양영환, 김영

전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 황경숙

(54) 발명의 명칭 **사실상 난연제가 없는 3G T 카펫**

(57) 요약

미량의 캐리어 및 선택적으로 미량의 정전기 방지제를 갖는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 얇을 포함하는 사실상 난연제가 없는 카펫이 개시되며, 그러한 카펫의 제조 방법도 개시된다.

(72) 발명자

우로베, 그레고리, 에이.

미국 23838 버지니아주 체스터필드 카터스 웨이 로
드 13300

코즐로브스키, 존, 제이.

미국 19350 펜실베이니아주 란덴버그 사우스뱅크 로
드 216

특허청구의 범위

청구항 1

폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양, 배킹 시스템, 및 접착제 시스템을 포함하는 카펫으로서,
 상기 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양은 양의 중량을 기준으로 25 내지 3000 ppm 범위의 방향족 유기 캐리어를 포함하며,
 카펫은 카펫의 중량을 기준으로 2000 ppm (0.2 중량%) 미만의 난연제를 포함하고, ASTM-E648형 시험으로 결정할 때 클래스 I 인화성 등급을 갖는 것인, 카펫.

청구항 2

제1항에 있어서, 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양이 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양의 중량을 기준으로 25 내지 2000 ppm 범위의 방향족 유기 캐리어를 포함하는 카펫.

청구항 3

제1항에 있어서, 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양이 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양의 중량을 기준으로 25 내지 1000 ppm 범위의 방향족 유기 캐리어를 포함하는 카펫.

청구항 4

제1항에 있어서, 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양이 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양의 중량을 기준으로 25 내지 500 ppm 범위의 방향족 유기 캐리어를 포함하는 카펫.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 방향족 유기 캐리어가 벤질 벤조에이트; 바이페닐 부틸 벤조에이트; 부틸 벤조에이트; 부틸 프탈이미드; N,N-다이에틸-m-톨루아미드 (DEET); 다이메틸 프탈레이트; 다이페닐 에테르; 2-에틸 헥실벤조에이트; 헥실 벤조에이트; 아이소프로필 벤조에이트; 옥틸 벤조에이트; o-페닐 페놀; 프로필 프탈이미드; 또는 트라이클로로벤젠인, 카펫.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 미량의 캐리어(carrier) 및 바람직하게는 미량의 정전기 방지제를 포함하는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 섬유로 제조된 사실상 난연제가 없는 카펫(carpet)에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 벌키 연속 필라멘트(bulked continuous filament, BCF) 및/또는 스테이플 안(staple yarn)을 포함하는 카펫은 당업자에게 알려져 있는 다양한 방식으로 제조된다. 전형적으로, 많은 안이 함께 케이블 꼬임되고(cable twisted)(약 1.38 회전(turn)/cm (약 3.5 회전/in) 내지 2.56 회전/cm (6.5 회전/인치)), 장치(예를 들어, 오토클레이브(autoclave))에서 열 고정되며, 이어서 주 배킹(primary backing)으로 터프팅된다(tufted). 그리고 나서, 라텍스 접착제 및 보조 배킹(secondary backing)이 적용된다. 파일(pile) 높이가 약 0.64 cm(약 0.25 in) 내지 2.54 cm(1 인치)인 컷 파일(cut pile) 스타일 카펫, 또는 파일 높이가 약 0.318 cm(약 0.125 in) 내지 0.953 cm(0.375 인치)인 루프 파일(loop pile) 스타일 카펫을 BCF 안을 사용하여 제조할 수 있다. 전형적인 카펫 중량은 약 847.8 g/m² (약 25 oz/yd²) 내지 3051.9 g/m² (90 온스/평방야드)이다.

[0003] 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) ("3GT" 또는 "PTT") 안으로 제조된 카펫은 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) ("2GT") 안과 비견되는 자체의 방오성(built-in stain resistance)과, 만족스러운 텍스처 보유성(texture retention) 및 압력 저항성(resistance to crushing)을 갖는다. 또한, 3GT 안을 포함하는 카펫은 2GT 안으로 제조된 카펫과 비교하여 부드러움 및 염색 가능성이 탁월하며, 나일론으로 제조된 카펫과 비교하여 부드러움이 탁월하다.

[0004] 폴리에스테르 카펫은 일반적으로 캐리어의 도움을 받아 분산 염료로 염색되는데, 캐리어는 분산 염료의 염색성(dyeability)이 향상되도록 폴리에스테르의 구조를 개방하는 기능을 하는 화합물이다. 캐리어는 연속 염색 동안 어두운 색조에서 3GT 염색성을 향상시키는데 특히 유용하다.

[0005] 정전기 방지제는 일반적으로 당업자에게 잘 알려져 있으며, 카펫과 관련하여서는, 일반적으로 정전기 수준을 감소시키기 위한 전형적으로 흡습 성질의 국소 적용되는 화학물질이다. 정전기 방지제는 미국 섬유 화학 염색자 협회(American Association of Textile Chemists and Colorists, AATCC) 시험방법 134 (GSA) 하에, 컴퓨터실 및 시판용 카펫과 같이, 더욱 요구조건이 많은 응용에 있어서 3GT 정전기 수준을 감소시키는 데 유용하다.

[0006] 캐리어 (및 염료) 및/또는 정전기 방지제는 일반적으로 터프팅 이후의 카펫에 적용된다.

[0007] 3GT 안으로 제조된 이상적인, 실험실 규모 카펫은 난연제를 필요로 하지 않으면서 클래스 I 인화성 등급을 갖는 것으로 알려져 있다. 이러한 이상적인, 실험실 규모 카펫은 또한 캐리어 및 정전기 방지제를 포함하지 않는다.

[0008] 그러나, 현실의 응용에 사용되는 3GT 안을 포함하는 카펫은 전형적으로 캐리어와 정전기 방지제 둘 모두를 포함하며, 상당량의 난연제를 사용하지 않고 이러한 인화성 요건을 충족시키지는 못하는 것으로 알려져 있다. 난연제는 카펫의 인화성 등급을 향상시키는 반면에 경제적으로 불리하며, 적합한 인화성 등급을 그대로 유지하면서 필요한 난연제의 양을 최소화하는 것이 바람직할 것이다.

[0009] **발명의 개요**

[0010] 3GT 섬유 내의 캐리어 및 그에 적용되는 정전기 방지제의 양을 최소화하여 3GT 섬유로부터 사실상 난연제가 없

는 카펫을 제조할 수 있다는 것을 지금에 와서야 알아내게 되었다.

- [0011] 그러므로, 본 발명의 일 태양에 따르면, 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안, 배킹 시스템 및 접착제 시스템을 포함하는 카펫이 제공되며, 여기서 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안은 안의 중량을 기준으로 약 25 내지 약 3000 ppm 범위의 캐리어 및/또는 최대 약 2500 ppm의 양의 정전기 방지제를 포함하고, 카펫에는 사실상 난연제가 없다.
- [0012] 바람직하게는, 캐리어를 사용할 때, 캐리어는 안의 중량을 기준으로 약 25 내지 약 2000 ppm 범위, 더욱 더 바람직하게는 약 25 내지 약 1000 ppm 범위, 그리고 가장 바람직하게는 약 25 내지 약 500 ppm 범위로 존재한다.
- [0013] 바람직하게는, 정전기 방지제가 사용될 때, 정전기 방지제는 안의 중량을 기준으로 최대 약 2000 ppm, 더욱 더 바람직하게는 최대 약 1000 ppm, 그리고 더욱 더 바람직하게는 최대 약 760 ppm의 양으로 존재한다. 정전기 방지제가 사용될 때, (하한을 명확하게 언급할 수 없지만) 관련분야의 당업자에 의해 인지되는 바와 같이 적어도 일부 정전기 방지제가 이 성분의 의도된 효과와 관련하여 정전기를 적어도 부분적으로 감소시키는 데 효과적인 양으로 존재하여야 한다.
- [0014] 이러한 카펫은 ASTM-E648형 시험으로 결정할 때 클래스 I 인화성 등급을 갖는 것이 바람직하다.
- [0015] 다른 태양은 하기 단계를 포함하는, 상기에 개시된 사실상 난연제가 없는 카펫을 제조하는 첫 번째 방법을 제공한다:
- [0016] (a) 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안, 배킹 시스템 및 접착제 시스템을 포함하는 카펫을 제조하는 단계;
- [0017] (b) 캐리어를 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안에 적용하는 단계; 및
- [0018] (c) 캐리어가 적용된 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안을 염색하는 단계.
- [0019] 선택적으로, 첫 번째 방법은 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안에 정전기 방지제를 적용하는 추가의 단계를 포함한다.
- [0020] 다른 태양은 하기 단계를 포함하는, 상기에 개시된 사실상 난연제가 없는 카펫을 제조하는 두 번째 방법을 제공한다:
- [0021] (a) 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안, 배킹 시스템 및 접착제 시스템을 포함하는 카펫을 제조하는 단계;
- [0022] (b) 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안을 염색하는 단계; 및
- [0023] (c) 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안에 정전기 방지제를 적용하는 단계.
- [0024] 선택적으로 두 번째 방법은 염색 단계 전에 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안에 캐리어를 적용하는 추가의 단계를 포함한다.
- [0025] 또한, 상기 방법의 단계 (a)는 하기 단계를 포함하는 것이 바람직하다:
- [0026] (a1) 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 안을 주 배킹으로 터프팅하는 단계;
- [0027] (a2) 라텍스 접착제를 주 배킹에 적용하는 단계; 및
- [0028] (a3) 보조 배킹을 라텍스 접착제 상에 적용하는 단계.

발명의 상세한 설명

- [0029] 본 명세서에 언급된 모든 공보, 특허 출원, 특허 및 다른 참고 문헌은, 달리 표시되지 않는다면, 마치 완전히 개시된 것처럼 모든 점에서 전체적으로 본 명세서에 참고로 포함된다.
- [0030] 달리 정의되지 않으면, 본 명세서에서 사용되는 모든 기술적 및 과학적 용어는 본 발명이 관련된 기술 분야의 숙련자에 의해 통상적으로 이해되는 바와 동일한 의미를 갖는다. 상충되는 경우에는, 정의를 포함한 본 명세서가 좌우할 것이다.
- [0031] 명백히 나타낸 경우를 제외하고, 상표명은 대문자로 표시된다.
- [0032] 달리 언급되지 않는다면, 모든 백분율, 부, 비 등은 중량 기준이다.
- [0033] 양, 농도 또는 다른 값 또는 파라미터가 범위, 바람직한 범위 또는 바람직한 상한값 및 바람직한 하한값의 목록

으로 주어질 때, 이는 범위가 별도로 개시되는지와는 상관없이 임의의 상한 범위 한계치 또는 바람직한 값 및 임의의 하한 범위 한계치 또는 바람직한 값의 임의의 쌍으로 형성된 모든 범위를 구체적으로 개시하는 것으로 이해되어야 한다. 본 명세서에서 수치값의 범위를 열거하는 경우, 달리 언급되지 않는다면, 당해 범위는 그의 종점, 및 당해 범위 내의 모든 정수 및 분수를 포함하는 것으로 의도된다. 범위를 정의할 때 본 발명의 범주를 열거된 특정 값으로 한정하고자 하는 것은 아니다.

[0034] "약"이라는 용어가 값 또는 범위의 종점을 설명하는 데 사용될 때, 개시된 내용은 언급된 특정 값 또는 종점을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0035] 본 명세서에서 사용되는 바와 같이, "포함하다", "포함하는", "함유하다", "함유하는", "갖는다", "갖는"이라는 용어 또는 이들의 임의의 다른 변형은 배타적이지 않은 포함을 커버하고자 한다. 예를 들어, 요소들의 목록을 포함하는 공정, 방법, 용품, 또는 장치는 반드시 그러한 요소만으로 제한되지는 않고, 명확하게 열거되지 않거나 그러한 공정, 방법, 용품, 또는 장치에 내재적인 다른 요소를 포함할 수도 있다. 또한, 명백히 반대로 기술되지 않는다면, "또는"은 포괄적인 '또는'을 말하며 배타적인 '또는'을 말하는 것은 아니다. 예를 들어, 조건 A 또는 B는 하기 중 어느 하나에 의해 만족된다: A는 참 (또는 존재함)이고 B는 거짓 (또는 존재하지 않음), A는 거짓 (또는 존재하지 않음)이고 B는 참 (또는 존재함), A 및 B가 모두가 참 (또는 존재함).

[0036] 단수형이 본 발명의 요소들 및 구성요소들을 설명하는 데 사용된다. 이는 단지 편의상 그리고 본 발명의 전반적인 의미를 제공하기 위해 행해진다. 이러한 기재는 하나 또는 적어도 하나를 포함하는 것으로 이해되어야 하고, 단수형은 그가 달리 의미하는 것이 명백하지 않으면 복수를 또한 포함한다.

[0037] 본 명세서에서 재료, 방법 및 예는 오직 예시적인 것이며, 특별히 언급된 것을 제외하고는 한정하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서 설명되는 것과 유사하거나 등가인 방법 및 재료가 본 발명의 실시 또는 시험에서 사용될 수 있지만, 적합한 방법 및 재료가 본 명세서에 기재된다.

[0038] 본 발명과 관련하여, 많은 다른 용어들이 사용된다.

[0039] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "카펫"은 주거 및 상업적 응용에서 사용되는 컷 파일 및 루프 파일 카펫, 자동차용 카펫, 카펫 타일, 및 스테이플 및/또는 벌키 연속 필라멘트 안으로 제조된 욱실 깔개 및 부분 깔개(area rug)를 포함하지만 이에 한정되지 않는다.

[0040] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "난연제"는 점화원이 제거된 후에 카펫이 연소되거나, 계속하여 연소되거나 또는 이동하는 경향을 감소시키기 위한 당업계에 알려진 섬유 및/또는 배킹 시스템 및/또는 라텍스 접착제 상의 및/또는 그 내의 임의의 첨가제를 의미한다. 카펫의 제조에 사용되는 난연제의 비제한적인 예에는 알루미늄 3수화물(aluminum trihydrate, ATH), 산화안티몬, 붕산아연, 및 주석산아연을 포함하지만 이에 한정되지 않는 무기 화합물; 펜타브로모다이페닐 에테르, 옥타브로모다이페닐 에테르, 및 헥사브로모벤젠을 포함하지만 이에 한정되지 않는 할로겐화된 유기 화합물; 및 트라이브로모프로필 포스페이트를 포함하지만 이에 한정되지 않는 인산염 화합물이 포함된다. 인화성 등급은 미국 연방 시험 방법(Federal Test Method) 372 및 미국 재료 시험 협회(American Society for Testing Materials) ASTM-E648로도 알려져 있는, 재료의 인화성에 대한 미국 방화 협회(National Fire Protection Association, NFPA)의 등급 시스템, NFPA 253을 말한다.

[0041] 전형적으로, 난연제는 3GT 카펫의 섬유 및/또는 배킹 시스템 및/또는 접착제 시스템 상에 및/또는 그 내에 섬유 및/또는 배킹 시스템의 중량을 기준으로 약 2% 내지 약 6%의 범위(약 20000 ppm 내지 약 60000 ppm)로 존재한다. 예를 들어, ATH를 포함하는 3GT 카펫은 전형적으로 알루미늄이 카펫의 중량을 기준으로 약 2 내지 약 4 중량%이다. 검출가능한 양의 ATH를 포함하지 않는 카펫은 일반적으로 약 1755 ppm (0.1755 중량%) 이하의 알루미늄을 포함한다. 검출가능한 양의 인-함유 난연제를 포함하지 않는 카펫은 전형적으로 약 1100 ppm (0.11 중량%) 이하의 인, 그리고 일반적으로 약 600 ppm (0.06 중량%) 내지 약 1100 ppm (0.11 중량%) 범위의 인을 포함한다. 검출가능한 양의 아연-함유 난연제를 포함하지 않는 카펫은 약 1100 ppm (0.11 중량%) 이하의 아연, 그리고 일반적으로 약 120 ppm (0.012 중량%) 내지 약 1100 ppm (0.11 중량%) 범위의 아연을 포함한다. 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "물질의 검출가능한 양"이라는 용어는, 물질을 검출할 목적으로 관련 분야에 알려져 있는 표준 기술을 사용하여 검출가능한 물질의 양을 포함할 수 있다.

[0042] 본 명세서에 사용되는 바와 같이 "사실상 난연제가 없는"이라는 것은 유용한 양, 즉, 점화원이 제거된 후에 카펫이 연소되거나, 계속하여 연소되거나 또는 이동하는 경향을 감소시킬 수 있는 양보다 적은, 섬유 및/또는 배킹 시스템 및/또는 접착제 시스템 상의 및/또는 그 내의 난연제를 의미한다. 3GT 카펫의 섬유 및/또는 배킹 시스템 및/또는 접착제 시스템 상의 및/또는 그 내의 난연제의 유용한 양은 카펫의 중량을 기준으로 난연제가 약

20000 ppm(약 2 중량%)을 초과하는 것이다. "사실상 난연제가 없는 카펫"은 카펫의 중량을 기준으로 바람직하게는 약 2000 ppm(약 0.2 중량%) 미만, 더욱 바람직하게는 약 1000 ppm (0.1 중량%) 미만, 더욱 더 바람직하게는 약 500 ppm (0.05 중량%) 미만, 훨씬 더욱 더 바람직하게는 약 50 ppm (0.005 중량%) 미만, 그리고 가장 바람직하게는 0 ppm("난연제가 없는")의 난연제(들)를 포함한다.

[0043] 반대로 나타내지 않으면, "폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)" ("3GT" 또는 "PTT")로 언급되는 것은 적어도 약 70 몰%의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 포함하는 단일중합체 및 공중합체와, 적어도 약 70 몰%의 이 단일중합체 및 공중합체를 함유하는 중합체 조성물을 포함하고자 한다. 바람직한 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)는 적어도 약 85 몰%, 더욱 바람직하게는 적어도 약 90 몰%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 약 95 몰%, 더욱 더 바람직하게는 적어도 약 98 몰%, 그리고 훨씬 더욱 더 바람직하게는 약 100 몰%의 트라이메틸렌 테레프탈레이트 반복 단위를 포함한다.

[0044] "폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 벌키 연속 필라멘트 양" 또는 "3GT 벌키 연속 필라멘트 양" 또는 "PTT 벌키 연속 필라멘트 양"은, 예를 들어, 미국 특허 제5662980호, 미국 특허 제5645782호, 미국 특허 제6242091호, 미국 특허 제6684618호 및 미국 특허 제2005/0147784A1호에 개시된 방법에 의해 제조될 수 있다. 그러나, 당업자에게 알려진 바와 같은 그러한 양의 임의의 제조 방법이 허용가능하다.

[0045] "폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트 스테이플 양" 또는 "3GT 스테이플 양" 또는 "PTT 스테이플 양" 은, 예를 들어, 미국 특허 제6752945호, 미국 특허 제6458455호, 미국 특허 제6641916호 및 미국 특허 제2004/0146711A1호에 기재된 방법에 의해 제조될 수 있다. 그러나, 당업자에게 알려진 바와 같은 그러한 양의 임의의 제조 방법이 허용가능하다.

[0046] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "캐리어"는 3GT, 방향족 폴리에스테르의 구조를 개방하여 분산 염료의 염색성을 향상시키는 기능을 하는 방향족 유기 화합물을 의미한다. 캐리어의 예는 벤질 벤조에이트; 바이페닐 부틸 벤조에이트; 부틸 벤조에이트; 부틸 프탈리미드; N,N-다이에틸-m-톨루아미드 (DEET); 다이메틸 프탈레이트; 다이페닐 에테르; 2-에틸 헥실벤조에이트; 헥실 벤조에이트; 아이소프로필 벤조에이트; 옥틸 벤조에이트; o-페닐 페놀; 프로필 프탈리미드; 및 트라이클로로벤젠을 포함하지만 이에 한정되지 않는다. 캐리어가 존재하는 실시 형태에서, 캐리어는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양의 중량을 기준으로 약 25 내지 약 3000 ppm의 범위, 더욱 바람직하게는 약 25 내지 약 2000 ppm의 범위, 더욱 더 바람직하게는 약 25 내지 약 1000 ppm의 범위, 그리고 가장 바람직하게는 약 25 내지 약500 ppm의 범위로 카펫 중에 존재한다.

[0047] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, "정전기 방지제"는 국소 적용되는 흡습 성질의 화학물질이다. 정전기 방지제의 예는 다이부틸 포스페이트, 다이에탄올아미드, 에톡실화된 3차 지방산 아민, 장쇄 폴리에틸렌 옥사이드 화합물, 및 4차 암모늄 화합물을 포함하지만 이에 한정되지 않는다. 카펫 샘플 내의 정전기 방지제의 양은 관련 분야의 당업자에게 잘 알려진 수단에 의해 결정된다.

[0048] 예를 들어, 잔류 다이부틸 포스페이트는 고압 액체 크로마토그래피(HPLC)로 검출된다. 본 발명의 목적상, ppm 단위의 잔류 다이부틸 포스페이트 값은 정전기 방지제의 약 75%로 포함되는 다이부틸 포스페이트를 반영한다. 즉, 예를 들어, 500 ppm의 잔류 다이부틸 포스페이트는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양의 중량을 기준으로 약 666.7 ppm의 정전기 방지제가 카펫 내에 존재함을 반영한다. 카펫 내에 정전기 방지제가 존재하는 실시 형태에서, 정전기 방지제는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양의 중량을 기준으로 최대 약 1875 ppm의 잔류 다이부틸 포스페이트(2500 ppm의 정전기 방지제), 바람직하게는 최대 약 1500 ppm의 잔류 다이부틸 포스페이트(2000 ppm의 정전기 방지제), 더욱 바람직하게는 최대 약 750 ppm의 잔류 다이부틸 포스페이트(1000 ppm의 정전기 방지제), 그리고 더욱 더 바람직하게는 최대 약 570 ppm의 잔류 다이부틸 포스페이트(760 ppm의 정전기 방지제)로 존재한다.

[0049] 캐리어가 없는 실시 형태에서, 난연제가 없는 카펫을 제조하는 방법은

[0050] (a) 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트) 양을 터프팅하여 카펫을 제조하는 단계;

[0051] (b) 상기 카펫을 염색하는 단계; 및

[0052] (c) 상기 카펫에 정전기 방지제를 적용하는 단계를 포함한다.

[0053] 캐리어 및/또는 정전기 방지제는 전형적으로(그러나 항상은 아님) 터프팅 이후의 카펫에 적용된다. 터프팅된 카펫에 캐리어 및, 선택적으로 정전기 방지제를 적용하는 것은 당업자에게 알려진 임의의 방법으로 실시될 수 있다. 바람직하게는, 캐리어는 백(beck) (배치(batch)) 염색 및 연속 (레인지(range)) 염색에서의 염료조(dye

bath) 또는 용액에의 첨가뿐만 아니라 연속 염색 레인지의 린스(rinse) 탱크 내의 잔류 캐리어에 의해 적용된다. 정전기 방지제는 바람직하게는 추출(extraction) 후 및 건조 전에, 염색된 카펫 상에 분무 적용함으로써 적용된다.

[0054] 캐리어를 포함하는 본 발명의 카펫은 당업자에게 알려진 임의의 방법으로 염색될 수 있다. 특히 바람직한 방법은 폴리(에틸렌 테레프탈레이트) 양을 포함하는 카펫을 염색하는 데 사용되는 방법이다. 일 실시 형태에서, 캐리어 적용 및 카펫 염색은 사실상 동시에, 바람직하게는 동시에 실시될 수 있다.

실시예

[0055] 본 발명을 하기 실시예에서 추가로 설명한다. 이러한 실시예는, 본 발명의 바람직한 실시 형태를 나타내면서, 오직 예로서 주어지는 것으로 이해되어야만 한다. 당업자라면, 상기 논의 및 이러한 실시예로부터 본 발명의 바람직한 특징을 확인할 수 있으며, 본 발명의 사상 및 범주를 벗어나지 않고서도 본 발명을 다양하게 변경하고 수정하여 본 발명을 다양한 용도 및 조건에 적합하게 할 수 있다.

[0056] 약어의 의미는 다음과 같다: "h"는 시간을 의미하고, "min"은 분을 의미하고, "sec"는 초를 의미하고, "m"은 미터를 의미하고, "cm"은 센티미터를 의미하고, "g"는 그램을 의미하고, "oz"는 온스를 의미하고, "yd²"는 평방야드를 의미하고, "dpf"는 필라멘트당 데니어를 의미하고, "mg"는 밀리그램을 의미하고, "kg"는 킬로그램을 의미하고, "ml"은 밀리리터를 의미하고, "μl"는 마이크로리터를 의미하고, "in"은 인치를 의미하고, "3GT"는 폴리(트라이메틸렌 테레프탈레이트)를 의미하고, "2GT"는 폴리(에틸렌 테레프탈레이트)를 의미하고, "mpm"은 분당 미터를 의미하고, "rpm"은 분당 회전수를 의미하고, "ppm"은 백만분율을 의미하고, "중량%"는 중량 퍼센트(백분율)를 의미한다.

[0057] **실험**

[0058] 1400-1500 데니어, 18-20 dpf, 벌키 연속 필라멘트(BCF) 양을 3GT 중합체로부터 약 250°C의 방적 온도 및 약 2500-3500 mpm의 방적 속도로 방적하였다. 섬유 단면은 1.7-3.0의 변형비(Modification Ratio)를 갖는 3엽형(trilobal)이었다.

[0059] BCF 양을 8.9 회전/cm(약 3.5 회전/in) - 15.2 회전/cm(6 회전/인치)의 꼬임 수준 및 약 4500-7000 rpm의 속도로 케이블 꼬임기(twister) 상에서 케이블-꼬임하였다. 꼬임된 BCF 양을 순환 스팀 시스템을 구비한 슈퍼바 터널(Superba tunnel)을 사용하여 연속적으로 열 고정하였다. 약 87.8°C (190°F) - 97.8°C (208°F)의 프리벌커(prebulker) 온도 및 약 132.2°C (270°F) - 148.9°C (300°F)의 터널 온도로 스트레이트 세트 코일러(straight set coiler) 또는 또는 종래의 스티퍼 박스(stuffer box) 중 하나를 사용하였다. 벨트 속도는 약 10-20 mpm이었고, 터널 길이는 6-12 m이었다.

[0060] 평량이 847.8 g/m² (25 oz/yd²) - 2543.3 g/m² (75 oz/yd²)인 중간 밀도의 주거용 컷 파일 카펫을 3GT 열 고정 양으로부터 터프팅하였다. 전체 폭(3.62 m (12 ft) - 4.57 m (15 피트) 폭)을 4.0-8.0의 pH에서 수평 스티머(steamer)를 사용하여 베이지색으로 연속적으로 레인지-염색하거나, 또는 다르게는 (당업자에게 알려진 것과 같은) 벵 염색 공정(beck dyeing process)에 의해 염색하였다. 보통 2GT 폴리에스테르를 염색하는 데 사용되는 캐리어를 카펫 중량을 기준으로 0.5%-5.0%로 염료 믹스에 첨가하였다. 염색 및 마무리 염색 공정에 사용한 화학물질을 표 1에 열거한다. 전형적인 화학물질, 즉 충전제(CaCO₃) 및 스티렌 부타디엔 고무(SBR) 라텍스를 라텍싱(latexing)(83.5% 고형분)에서 사용하였다. 라텍스는 425 부였다.

표 1

화학물질	중량%
수성 컨디셔너	0.1-1%
비이온성 습윤제	0.1-1%
완중제	필요한 만큼
캐리어	0.5-5%
분산 염료 (베이지)	0.1-2%

[0061]

[0062] 연속 염색 공정은

- [0063] 1. 백 비트(Back Beat) 및 진공
- [0064] 2. 79.4℃ (175°F) - 93.3℃ (200°F)에서 예비-스팀
- [0065] 3. 400% 습식 픽업(wet pickup)에서 염료 적용, 32.2℃ (90°F)에서 적용
- [0066] 4. 97.8℃ (208°F)에서 8-10 min. 스팀
- [0067] 5. 3회의 사후-세척 및 사후-추출
- [0068] 6. 선택적인 국소제 건조제; 예를 들어, 정전기 방지제, 불소화합물계 물질
- [0069] 7. 137.8℃ (280°F)에서 시작하여 126.7℃ (260°F)에서 끝나는 다중 구역 건조기에서 건조
- [0070] 8. 공정 속도는 15.2 mpm (50 ft/min) - 45.7 mpm (분당 150피트)이었음
- [0071] 라텍싱 공정은:
- [0072] 1. 135.6 g/m² (4 oz/yd²) - 339.1 g/m² (10 oz/yd²)에서 보조 배킹 상에 라텍스를 적용
- [0073] 2. 508.7 g/m² (15 oz/yd²) - 1186.9 g/m² (35 oz/yd²)에서 주 배킹 상에 라텍스를 적용
- [0074] 3. 매리지 롤(marriage roll) 하에 진행
- [0075] 4. 공정 속도 - 15.2 mpm (50 ft/min) - 45.7 mpm (분당 150피트)
- [0076] 5. 약 218.3℃ (425°F)에서 시작하여 약 160℃ (320°F)에서 끝나는 경화
- [0077] 캐리어 분석 절차
- [0078] 배킹 재료가 섬유 상에 전혀 남지 않도록 페이스 섬유(face fiber)를 카펫에서 잘라내었다. 1.0 g의 섬유를 40 ml 스크류 톱 바이알(screw top vial)에 넣은 다음 20.0 ml의 메탄올로 채웠다. 그리고 나서, 바이알을 60℃ 수조에 2시간 동안 넣어 둔 다음, 바이알을 꺼내어 실온으로 되게 하였다. 일회용 피펫을 사용하여 2 ml의 용액을 기체 크로마토그래피(GC) 바이알 내로 옮겼다. 그리고 나서, 외부 표준 보정 절차를 사용하여 용액을 GC로 분석하였다. 이러한 절차로 캐리어의 농도를 결정하였다.
- [0079] 장비 파라미터:
- [0080] GC 조건:
- [0081] GC 모델: 애질런트(Agilent) 6890
- [0082] GC 컬럼: HP 5, 30 m × 0.25 mm × 250 mm
- [0083] 오븐 조건: 초기 온도 = 40 °C
- [0084] 초기 시간 = 0 min.
- [0085] 속도 = 10 °C/min.
- [0086] 최종 온도 = 200 °C
- [0087] 최종 시간 = 16 min.
- [0088] 분할 비(Split Ratio): 20.92:1
- [0089] 분할 유량(Split Flow): 20.9 ml/min.
- [0090] 총 유량: 24.5 ml/min.
- [0091] 유량: 1.0 ml/min.
- [0092] 유동 모드: 일정한 유동
- [0093] 캐리어 기체: 헬륨
- [0094] 검출기 (FID) 온도: 300℃

- [0095] 수소 유량: 30 ml/min.
- [0096] 공기 유량: 400 ml/min.
- [0097] 합한 유량: 25.0 ml/min.
- [0098] 데이터 전송 속도(Data Rate): 10 Hz
- [0099] 주입 크기: 1 μl
- [0100] 계산 모드: 외부 표준 퍼센트
- [0101] 소프트웨어: HP 쉐스테이션(chemstation) 버전 A.08.03
- [0102] 추출 바이알: 사전에 청결하게 한 VWR 트레이스클린(VWR Traceclean), 40 ml 바이알, 투명한 보로실리케이트
- [0103] 추출 용액: 메탄올, 이엠디 사이언스(EMD Science), GC, 고압 액체 크로마토그래피(HPLC), 분광법, 및 구배 분석용
- [0104] 실시예 1
- [0105] 메타민 필 시험(methamine pill test)이 16 CFR § 1630에서 찾아지는 바와 같이 FF 1-70에서 그리고 또한 ASTM D-2859, 카펫 및 깔개의 표면 인화성(Surface Flammability of Carpets and Rugs)에서 설명되어 있다.
- [0106] 연소 성능은 하기 표에 표시된 필 시험 전체의 평균 연소 거리를 기술한다. 샘플 상의 화염을 진화한 후, 연소 에지로부터 20.3 cm(8 인치) 원형 금속 템플릿(template)까지의 최소 거리(연소 거리)인 하나의 연소 측정치를 취하였다. 전형적으로, 카펫 샘플을 8개의 하위샘플(subsample) - 각각 원형 금속 템플릿의 크기 - 로 나누었고, 평균된 연소 측정치(연소 거리)에 기초하여 평균 연소 거리를 계산하였다. 따라서, 연소 거리는 카펫 샘플 연소량과 반비례하는 측정치였는데; 예를 들어, 연소되지 않은 카펫은 연소 거리가 10.2 cm(4.0 in)인 반면에, 원형 금속 템플릿의 중앙으로부터 원형 금속 템플릿의 에지까지 완전히 연소된 카펫은 연소 거리가 0 cm(0.0 in)이었다.
- [0107] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 평균 연소 거리가 7.6 cm(3.0 in)보다 큰 것은 탁월한 연소 성능을 나타낸다. 2.5 cm(1.0 in) 초과 내지 7.6 cm(3.0 in)의 평균 연소 거리(필 시험에서 2.5 cm(1.0 in) 초과)의 연소 성능은 "합격"인)는 한계(marginal) 연소 성능을 나타낸다. 평균 연소 거리가 2.5 cm(1.0 in) 이하(필 시험 실패)인 것은 불량한 연소 성능을 나타낸다. 카펫 샘플 1-4의 평균 연소 거리가 표 2에 제시되어 있다.

표 2

카펫 샘플	단계	캐리어 (ppm)	필 시험 (합격/전체)	연소 성능	연소 거리 (cm(in)) ¹
1	터프팅함	0	5/5	한계	7.24 (2.85)
	염색함	3968			
	마무리함	3557			
2	터프팅함	0	7/8	한계	5.97 (2.35)
	염색함	4328			
	마무리함	4062			
3	터프팅함	0	8/8	한계	6.91 (2.72)
	염색함	4077			
	마무리함	3651			
4	터프팅함	0	7/8	한계	5.97 (2.35)
	염색함	4843			
	마무리함	3617			

[0108] ¹연소 에지로부터 원형 템플릿까지의 평균 거리.바람직한 거리 > 7.6 cm(3.0 in).

[0109] 표 2의 실시예는 4개의 상이한 주거용 컷 파일 카펫에 있어서 3500-4000 ppm 범위의 잔여 캐리어 수준의 전형적인 필 시험 결과이다. 터프팅된 그대로의 카펫은 검출가능한 캐리어가 없는 반면에, 소량의 캐리어로 염색된 카펫은 4000-5000 ppm의 캐리어를 포함한다. 마무리(배킹/라텍싱) 후, 캐리어는 3500-4000 ppm 범위까지 현저하게 떨어졌다. 모든 경우에, 4000-5000 ppm의 캐리어로 염색된 카펫의 연소 거리는 상대적으로 작았으며, 즉, < 7.6 cm(3.0 in)이었고, 이는 기술적으로 필 시험에 합격함에도 불구하고 한계 연소 성능을 나타낸다. 이러한

한계 필 시험 결과를 갖는 카펫의 상업적 제조는 일관된 결과를 보장하기 위하여 난연제가 필요할 것이다.

표 3

카펫 샘플	카펫 중량 (g/m ² (oz/yd ²))	라텍스 중량 (g/m ² (oz/yd ²))	캐리어 (ppm)	필 시험 (합격/전체)	연소 성능
5	881.7 (26)	956.3 (28.2)	368	8/8	탁월
6	1356.4 (40)	1041.0 (30.7)	273	8/8	탁월

[0110]

[0111]

표 3의 카펫 샘플은 25-400 ppm 범위의 잔류 캐리어 수준을 포함하는 상이한 주거용 컷 파일 카펫들에 대한 전형적인 필 시험 결과이다. 연소 거리는 전형적으로 8.89 cm(3.5 in)보다 큰, 탁월한 결과였다. 25 내지 3000 ppm의 캐리어를 포함하는 카펫 샘플은 필 시험에 합격하였으며 연소 거리가 전형적으로 8.89 cm(3.5 in)보다 큰, 탁월한 결과여서, 난연제를 사용할 필요가 없었다. 캐리어를 포함하지 않는 대조 카펫 샘플은 필 시험에 합격하였으며 연소 거리가 8.89 cm(3.5 in)보다 컸다.

[0112]

실시예 2

[0113]

잔류 다이부틸 포스페이트를 분석하기 위하여, 음이온 전자분무 질량 분광 검출 시스템(negative ion electrospray mass spectrometric detection system)(SIM 모드)을 구비한 HPLC를 사용하여 샘플을 시험하였다. 이동상은 아이소프로판올 구배를 갖는 물(200 mg/l의 탄산암모늄 함유)이었다. 샘플을 초음파조에서 탈이온수로 추출하고 여과한 후 주입하였다(샘플은 대략 1시간 후 조에서 꺼낼 때 만져보니 따뜻했다). 사용한 컬럼은 80°C, 하이퍼카רב(Hypercarb) (미국 캘리포니아 산 호세 소재, 서모 일렉트론 코포레이션(Thermo Electron Corp.)) 3 × 150 mm, 5 μm이었다.

표 4

카펫 샘플	카펫 후처리	캐리어 (ppm)	다이부틸 포스페이트 (ppm)	필 시험 (합격/전체)	연소 성능
7	대조	542	4200	5/8	불량
7A	150°C에서 1시간 동안 건조시킴	214	3200	2/8	불량
7B	열수 추출(Hot Water Extraction)	413	570	8/8	탁월

[0114]

[0115]

3GT 대조 카펫 샘플 7을 쓰리엠 프로텍티브 케미칼(3M Protective Chemical) PM-1451(미국 미네소타주 세인트 폴 소재의 쓰리엠 센터의 쓰리엠 프로텍티브 머티리얼즈 디비전(3M Protective Materials Division)으로부터 입수가능) 및 정전기 방지제로 국소 처리하였다. 카펫 제조 관점에서, 2GT 카펫과 동일한 밀(mi11)에서 거의 동시에 3GT 카펫을 염색하는 것이 실용적인 것이다. 그러한 밀에서 염색된 3GT 카펫은 2GT 염색 공정 후에 존재하는 잔류 캐리어를 흡수할 수 있었다. 따라서, 카펫 샘플은 2GT 카펫 염색 후 린스조로부터 흡수된 소량의 잔류 캐리어, 542 ppm을 포함한다. 다이부틸 포스페이트에 의해 측정할 때, 상대적으로 많은 양, 4200 ppm의 정전기 방지제의 존재가 불량한 필 시험 성능 및 불량한 연소 성능의 원인이었다. 카펫 샘플 7을 약 150°C에서 약 1시간 가열하였을 때, 캐리어 중 일부가 정전기 방지제 중 일부와 함께 제거되었으나, 필 시험 성능 및 연소 성능은 여전히 불량하였다(카펫 샘플 7A). 정전기 방지제는 수용성이기 때문에, 열수 추출(카펫을 세정하기 위해 사용되는 일반적인 스티프 세정 절차)은 잔류 다이부틸 포스페이트에 의해 측정할 때, 정전기 방지제의 수준을 유의하게 감소시켰으며, 이는 허용가능한 필 시험 성능(카펫 샘플 7B) 및 탁월한 연소 성능으로 이어졌다.

[0116]

다이부틸 포스페이트는 카펫 샘플에 존재하는 정전기 방지제의 약 75%로 포함되는 것으로 추정되었다. 따라서, 카펫 샘플 7에서, 정전기 방지제는 카펫에 약 5600 ppm으로 존재하였으며; 카펫 샘플 7A에 있어서는 정전기 방지제가 카펫에 약 4267 ppm으로 존재하였고; 카펫 샘플 7B에 있어서는 정전기 방지제가 카펫에 약 760 ppm으로 존재하였다.

표 5

카펫 샘플	캐리어 (ppm)	다이부틸 포스페이트(ppm) ²	필 시험 (합격/전체)	연소 성능
8	74	<150	8/8	탁월
9	29	<150	8/8	탁월
10	52	<150	8/8	탁월
11	51	<150	8/8	탁월
12	33	<150	8/8	탁월
13	278	<150	8/8	탁월
14	185	<150	8/8	탁월

²검출 한계는 150 ppm임

[0117]

[0118]

표 5의 카펫 샘플은 25-300 ppm 범위의 잔류 캐리어 및 잔류 다이부틸 포스페이트에 의해 측정할 때 150 ppm(검출 한계) 미만의 잔류 정전기 방지제 수준을 포함하는 상이한 주거용 컷 파일 카펫에 대한 전형적인 필 시험 결과이다. 연소 거리는 전형적으로 8.89 cm(3.5 in)보다 큰, 탁월한 결과였다.