



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102666969 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 01

(21) 申请号 201080058468. 6

DO6M 15/431(2006. 01)

(22) 申请日 2010. 09. 21

DO6M 15/43(2006. 01)

(30) 优先权数据

DO6M 15/667(2006. 01)

61/274, 133 2009. 10. 21 US

DO6M 15/673(2006. 01)

12/776, 816 2010. 05. 10 US

CO8G 79/06(2006. 01)

CO9K 21/12(2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

DO6M 15/70(2006. 01)

2012. 06. 21

(56) 对比文件

(86) PCT国际申请的申请数据

US 5223334 A, 1993. 06. 29, 说明书第 1 栏第 25-35, 53-62 行, 第 2 栏第 52-56, 61-65 行, 第 4 栏第 1-31 行.

PCT/US2010/049637 2010. 09. 21

(87) PCT国际申请的公布数据

US 2003/0157294 A1, 2003. 08. 21, 说明书第 0001, 0003-0004 段.

W02011/049700 EN 2011. 04. 28

(73) 专利权人 美利肯公司

US 2008/0038973 A1, 2008. 02. 14, 说明书第 0001-0002, 0017, 0019, 0021, 0023 段.

地址 美国南卡罗来纳州

(72) 发明人 J. D. 克莱弗 J. T. 格里尔

CN 88103830 A, 1998. 12. 21, 权利要求 1-16.

C. W. 斯图克肯 S. M. 考戴尔 S. 李

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

GB 767985, 1956. 11. 21, 说明书第 1 页第 10-29, 34-50 行, 第 2 页第 106-120 行.

11105

代理人 刘蕾 沙捷

审查员 赵硕

(51) Int. Cl.

DO6M 13/422(2006. 01)

权利要求书1页 说明书21页

(54) 发明名称

阻燃纺织品

(57) 摘要

本发明提供了阻燃纺织品。该纺织品是含纤维素纤维的缎纹组织织物, 其中该缎纹组织织物具有至少 19.5 密耳的厚度、于 120° F 下 3 次家庭洗涤之后至少 25 密耳的厚度、至少 60cfm 的透气度以及小于约 7oz/yd² 的重量。该缎纹组织织物包含一种处理剂, 其中所述处理剂包括四羟甲基磷盐或其缩合物和选自脲、胍、脘基脲、甘脲和多胺的化学品。当对已经被施用所述处理剂的所述缎纹组织织物进行热固化和氧化时, 所述纤维素纤维的至少一部分具有在其中聚合的五价磷酸盐化合物。本发明还提供了生产所述阻燃纺织品的方法。

CN 102666969 B

1. 阻燃纺织品,其包括:

由 70-100wt%之间的纤维素纤维和 0-30wt%之间的热塑性合成纤维构成的缎纹组织织物,其中所述热塑性合成纤维选自聚酯、聚烯烃、聚酰胺、聚苯硫醚或其混合物,其中所述缎纹组织织物具有按原样至少 19.5 密耳的厚度、于 120° F 下 3 次家庭洗涤后至少 25 密耳的厚度、至少 60cfm 的透气度以及小于 7oz/yd²的重量;

施用于所述缎纹组织织物的处理剂,其中所述处理剂包括四羟甲基磷盐或其缩合物和选自脲、NH₃、胍、脘基脲、甘脲和多胺的化学品;

使得当已经被施用所述处理剂的所述缎纹组织织物已经进行热固化和氧化时,所述纤维素纤维的至少一部分具有在其中聚合的五价磷酸盐化合物。

2. 如权利要求 1 所述的阻燃纺织品,其中所述阻燃纺织品满足根据 NFPA 70E/ASTM F 1506 的 HRC 2 防护等级要求,且还满足按照 ASTM F 1930 测试的 NFPA 2112 要求。

3. 如权利要求 1 所述的阻燃纺织品,其中所述缎纹组织织物具有小于 6.5oz/yd²的重量。

4. 如权利要求 1 所述的阻燃纺织品,其中所述处理剂包括四羟甲基磷盐或其缩合物、脲和阳离子软化剂。

5. 如权利要求 1 所述的阻燃纺织品,其中所述五价磷酸盐化合物包括酰胺连接基团。

6. 如权利要求 1 所述的阻燃纺织品,其中所述五价磷酸盐化合物包括胺连接基团。

7. 如权利要求 1 所述的阻燃纺织品,其还包含含量不小于所述织物的 0.5wt%的酰肼化合物。

8. 如权利要求 7 所述的阻燃纺织品,其中所述酰肼化合物是选自下述的化学品:碳酰肼、半碳酰肼、己二酰肼、乙二酰肼、马来酰肼、卤素取代的苯甲酰肼、苯甲酰肼、羟基苯甲酰肼、二羟基苯甲酰肼、氨基苯甲酰肼、烷基取代的苯甲酰肼、乙酰肼、辛酰肼、癸酰肼、己酰肼、丙二酰肼、甲酰肼、草氨酰肼、甲苯磺酰肼、丙酰肼、水杨酰肼和硫代半碳酰肼。

9. 如权利要求 7 所述的阻燃纺织品,其中所述酰肼包括碳酰肼。

10. 如权利要求 7 所述的阻燃纺织品,其中所述织物具有根据 AATCC 测试方法 112 所测试的 100ppm 或更少的可释放甲醛含量。

阻燃纺织品

技术领域

[0001] 本文描述的是低重量阻燃织物以及用于制备其的方法。

背景技术

[0002] 阻燃 (FR) 纺织品 (例如服装和毯子) 被装配电工用来保护自身免于暴露于电弧闪光的热效应。来自电弧闪光的热特别强烈而且由于其迅速加热电弧闪光附近的空气和气体从而伴随有冲击波。

[0003] 已经开发出被称为电弧闪光套装的防护服体系以保护可能暴露于电弧闪光的工人。套装被设计成为各种暴露水平提供防护。但是, 现今可用的大部分服装长时间穿着不舒适。

[0004] 对可增加使用者舒适度同时仍提供必需的电弧及火焰防护的服装用轻质纺织品存在需求。

发明内容

[0005] 本发明提供了阻燃纺织品。在第一实施方式中, 该纺织品是含纤维素纤维的缎纹组织织物, 其中该缎纹组织织物具有至少 19.5 密耳的厚度, 120° F 下 3 次家庭洗涤之后至少 25 密耳的厚度, 至少 60cfm 的透气度, 以及小于约 7oz/yd² 的重量。该缎纹组织织物还含有处理, 其中该处理包括四羟甲基磷盐 (tetrahydroxymethyl phosphonium salt) 或其缩合物以及选自脲、胍、脘基脲、甘脲和多胺的一种或多种化学品。当已施用处理剂的缎纹组织织物已被热固化和氧化时, 至少部分纤维素纤维具有在其中聚合的五价磷酸盐化合物。还提供了生产所述阻燃纺织品的方法。

[0006] 在第二实施方式中, 所述阻燃纺织品包含纺织品基材。该纺织品基材包括纤维素纤维。该阻燃纺织品还包括被施用于该纺织品基材的整理剂 (finish)。所述整理剂包含四羟甲基磷盐或其缩合物与选自的脲、胍、脘基脲、甘脲、多胺及其混合物的化学品之间的化学反应的产物。将四羟甲基磷盐或其缩合物与其他化学品的混合物施用于纺织品基材, 使得当纺织品基材已被热固化和氧化时, 四羟甲基磷盐或其缩合物与其他化学品反应生成在所述纤维素纤维中聚合的五价磷酸盐化合物, 而且该五价磷酸盐化合物含酰胺连接基团。所述阻燃纺织品还包含被施用于所述纺织品基材的酰肼化合物。所述酰肼化合物可以任何适当的量施用, 但是优选以按所述织物的重量计不小于约 0.5% 的量施用。

[0007] 在另一实施方式中, 所述阻燃纺织品包括纺织品基材和被施用于该纺织品基材的整理剂。所述纺织品基材包括纤维素纤维。所述整理剂包含含磷化合物。该含磷化合物包含多个具有与其共价结合的酰胺连接基团的五价氧化磷基团, 并且该五价氧化磷基团的至少一部分具有三个与其共价结合的酰胺连接基团。所述阻燃纺织品还包含被施用于所述纺织品基材的酰肼化合物。

具体实施方式

[0008] 术语“阻燃的”或“FR”用于描述燃烧缓慢或者在外部火源移走后自动灭火的物质。由于织物固有的性质、纱线的捻度、织物结构,或者,如在本文所讨论的,牢固地施用于织物的阻燃化学品的存在,织物或纱线可以是阻燃的。

[0009] 术语“阻燃剂”或“阻燃化学品”是指在进行处理以降低纤维、织物或其他纺织品的可燃性过程中可作为局部处理而被施用于纤维、织物或其他纺织品的化合物。在本案中,阻燃化学品被施用于已构造织物基材而生成阻燃织物。

[0010] 在第一实施方式中,阻燃纺织品含有缎纹组织织物。该缎纹组织织物具有多个在纵向上纵向延伸的经纱和多个基本垂直于经纱(即,横向上)延伸的纬纱。该缎纹组织织物使得织物的表面几乎完全由在织物完全组织中生成的经向或纬向跳花疵(filling floats)组成。缎纹结构是四上一下,将大部分线布置在表面上,使得缎纹结构极其柔软。缎纹组织的其他优势在于,由缎纹组织生成的织物相比由相同重量的其他织物组织(诸如斜纹组织或平纹组织)生成的织物更厚。

[0011] 阻燃织物按原样具有至少约 19.5 密耳(约 0.5mm)的厚度。在本申请中,“按原样(as received)”是指在所有加工条件(包括编织、退浆/洗涤、染色、FR 处理、施用整理剂、机械处理等)结束时的织物,而且是指成品辊(finished roll)或缝制布料(sewn goods)中的织物。阻燃织物在 120° F 用水进行 3 次标准家庭洗涤周期之后具有至少约 25 密耳(约 0.64mm)的厚度。尽管不束缚于任何理论,但是认为缎纹组织连同对其施加的加工步骤共同生成与其他类型织物组织相比更厚的织物,并且因此其对穿用者具有更高的电弧防护。

[0012] 阻燃织物具有小于 7oz/yd²的重量。在一个实施方式中,阻燃织物具有小于 6.5oz/yd²的重量。尽管较高重量的织物能够实现同样的阻燃性能,但是高重量织物具有笨重的趋势、透气性差,因此对于长期穿着而言不舒服。阻燃织物具有至少约 60cfm 的透气度,更优选 100cfm。这些透气度水平已显示可产生具有优良呼吸能力的织物。具有高透气度与违反了一些理论概念,即高透气度织物产生较低电弧评级。

[0013] 该缎纹组织织物包括纤维素纤维。术语“纤维素的”或“纤维素纤维”通常指由纤维素组成或来源于纤维素的纤维,纤维素是织物细胞壁的主要成分。纤维素纤维的实例包括棉、粘胶纤维、亚麻、黄麻、大麻和醋酸纤维素,尽管最常见的实例是棉,因此,棉将是本公开内容的重心。混纺织物的纤维素含量对其手感、织物悬垂性(drape)和呼吸能力具有显著贡献,这些特征为其穿着者提供舒适感。而且,传统阻燃过程已经优先处理了此类混纺织物的纤维素含量,从而对目标织物赋予阻燃性。

[0014] 在美国,存在两类可商购的棉纤维品种:美洲陆地品种(陆地棉)和美洲皮马棉(海岛棉)。所谓的“埃及”棉是一种皮马棉,其通常产自埃及。一般而言,美洲陆地纤维—其占服装业所用棉布的大多数—的长度在约 0.875 英寸至约 1.3 英寸范围内,而较不常见皮马棉纤维的长度在约 1.2 英寸至约 1.6 英寸范围内。基于这种长度差异,皮马棉也被称为“超长纤维”棉。

[0015] 将皮马棉引入织物结构中产生更耐用且吸收性更大的织物。令人惊讶的是,在加入皮马棉来代替美洲陆地棉或与其结合使用的情况中,阻燃性能得以增强。在重复洗涤情况下,这些结果甚至更显著。优选地,棉纤维(无论种类)具有至少约 1.2 英寸的平均长度。在一个实施方式中,仅在纬向使用皮马棉纤维。可选地,可使用美洲陆地棉或可使用其他非

皮马棉。

[0016] 该缎纹组织织物可含有基本 100% 纤维素纤维, 或者还可包括其他合成纤维。在一个实施方式中, 所述织物的合成纤维含量为约 0% 至约 50%, 且纤维素纤维含量为约 50% 至约 100%。在第二实施方式中, 所述纤维的合成纤维含量为约 10% 至约 65%, 且纤维素纤维含量为约 35% 至约 90%。在又一个实施方式中, 所述纤维可具有约 10% 至约 50% 的合成纤维含量和约 50% 至约 90% 的纤维素纤维含量。

[0017] 尽管术语“合成的”或“合成纤维”通常是指所有化学产生的纤维以使其与天然纤维区分开, 而且尽管该方法适用于大部分(如果不是全部)合成纤维类型, 但是本文所用的优选纤维类型为热塑性塑料(thermoplastics)。上面所提供的百分比适用于热塑性纤维以及更宽种类的合成纤维。

[0018] “热塑性”纤维是那些永久易熔而且可在较高温度下熔化的纤维。本文所用的热塑性纤维的实例是聚酯(诸如聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丙二醇酯和聚对苯二甲酸丁二醇酯)、聚烯烃(诸如聚乙烯和聚丙烯)、聚酰胺(诸如尼龙 6、尼龙 6, 6、尼龙 4, 6 和尼龙 2)、聚苯硫醚等。有利地, 将此类热塑性材料引入目标织物中, 特别是以较高纤维含量水平, 可增加所处理织物的机械性能(即, 耐磨性、耐久性等)。应当理解, 一种或多种热塑性纤维类型可以所需含量与一种或多种纤维素纤维混合。

[0019] 此外, 非热塑性合成纤维也可以用在混纺织物中, 诸如碳纤维、聚芳酰胺纤维、聚丙烯酸纤维、芳族聚酰胺、芳族聚酯、三聚氰胺甲醛聚合物、聚酰亚胺、聚砜、聚酮、聚砜酰胺及其任意组合。优选地, 此类纤维的含量(按织物的重量计)小于约 50%(即, 此类非热塑性纤维的百分比在 0% 至约 50% 之间)。这些非热塑性纤维是固有阻燃而且可以将该性能和/或其他期望的性能赋予所述织物。当存在时, 非热塑性合成纤维优选以基于所述纤维的重量为约 5% 至约 50% 的量存在; 更优选, 以基于所述纤维的重量为 5% 至约 15% 的量存在。仅作为实例, 而且并非限定性的, 包含氯乙烯、溴乙烯或偏二氯乙烯单体单元的改良丙烯酸纤维(含或不含氧化锑)可与纤维素纤维结合来构建所述织物, 在这种情况下改良丙烯酸纤维含量为约 5wt% 至约 50wt%。

[0020] 在一个实施方式中, 经纱和/或纬纱优选为合成纤维和纤维素纤维的精密混纺纱, 并且在一些情况中, 可以是按重量计 50/50 的纤维素纤维与合成纤维的混纺纱, 在其他情况中, 可以使用按重量计 80/20、88/12 或 75/25 的纤维素纤维与合成纤维(各自)混纺纱。比率可以根据需要进行修改, 以在织物中实现所需的物理性质。经纱优选是纺纱(spun yarns)。尼龙与棉纤维混纺纱以及聚酯与棉纤维混纺纱非常适合实现本文寻求的阻燃特征, 同时赋予耐久性、织物悬垂性、呼吸能力等功能性特质。在另一实施方式中, 经纱和/或纬纱可以由单一纤维类型构成(例如, 100% 棉)。经纱和/或纬纱还可以通过新方法纺成, 藉此合成纤维基本构成纱线的芯, 而纤维素纤维在合成纤维周围缠绕或纺制, 从而基本构成纱线的外表面, 同时使混纺纱保持在上面所需的范围内。这形成“包芯纱”。

[0021] 应当理解, 还可以使用其他经纱结构, 包括具有交替的长丝合成纱和纤维素纱的经纱(如下所述)或具有交替的精密混纺纱和长丝合成纱的经纱, 只要纤维素和合成成分的相对含量落在上述范围内。特别地, 已经发现在织物结构中使用少量(按重量计)变形长丝合成纱可显著改善织物强度, 同时纤维素含量确保织物将展示所需的阻燃性能。

[0022] 纬纱可以是下述之一: (i) 细纱(spun yarns)形式的合成纤维与纤维素纤维的

混纺纱,如在经向所提供的,(ii)长丝合成纱与纤维素纱的成图案式布置(pattern wise arrangement),和(iii)100%纤维素纱(cellulosic yarns)。纤维素纤维与合成纤维的示例性混合比例(按重量计)包括90:10、80:20、75:25和50:50。同样,尼龙丝和棉纱对于很多应用而言是优选的。在其他应用中,聚酯和棉纱可以是有用的。长丝合成纱(特别是变形长丝纱)有利于在成品织物中提供所需的强度和耐磨性。另外,变形合成纱为织物提供伸长回弹性或弹力,以实现改进的合身性、柔韧性和舒适度。

[0023] 术语“成图案式布置(pattern wise arrangement)”是指见于经向、纬向或同时两个方向的合成纱和纤维素纱的重复图案。典型图案包括1:2(一根合成纱,然后是两根纤维素纱)和1:3(一根合成纱,然后是三根纤维素纱)。应当理解,还可以使用其他图案,只要纤维素纱和合成纱的总含量落在所需范围之内。

[0024] 在一个潜在优选的实施方式中,提供了含纤维素的机织织物,其中经纱是合成纤维与纤维素纤维的精密混纺纱,而纬纱包括长丝合成纱与纤维素纱的成图案式布置。在这种情况下,纬向上合成纱与纤维素纱之比优选为一比至少三(即,对于每根合成纱而言,要使用至少三根纤维素纱),尽管其他图案可用于在成品织物中提供相同的纤维含量。在又一实施方式中,使用1:2的合成纱与纤维素纱之比。

[0025] 一旦织物被编织,其利用常规纺织工序来制备,诸如退浆、漂白和洗涤。如果需要,然后将织物染色和/或印刷。然后按照本文所述的方法步骤将任选染色和/或印刷的织物进行处理,以获得阻燃特征。

[0026] 在阻燃纺织品的其他实施方式中,纺织品基材可以是任何合适的基材,只要该纺织品基材含有至少一些纤维素纤维。例如,在一个实施方式中,所述纺织品基材可具有约0%至约50%的合成纤维含量和约50%至约100%的纤维素纤维含量。在另一实施方式中,所述纺织品基材可具有约10%至约65%的合成纤维含量和约35%至约90%的纤维素纤维含量。在又一实施方式中,所述纺织品基材可具有约10%至约50%的合成纤维含量和约50%至约90%的纤维素纤维含量。

[0027] 在阻燃纺织品的这些实施方式中,纺织品基材可具有任意合适的结构和任意合适的织物重量。纺织品基材可以具有机织结构、针织结构或非机织结构,包括适合阻燃纺织品的第一实施方式的任意上述那些。纺织品基材还能够从任何合适的纱线或纱线组合构造,包括适合阻燃纺织品的第一实施方式的任意上述那些。在某些实施方式中,织物可具有约4.0盎司/码²至约16盎司/码²范围内的重量,或者5盎司/码²至14盎司/码²范围内的重量。

[0028] 有两种主要方法用于缎纹组织织物或纺织品基材以使其阻燃。第一种方法使用脲与THP预缩合物反应,第二中方法利用氨与THP预缩合物(pre-condensate)反应。当提到这两种方法时,术语“基于脲的方法”和“基于氨的方法”将在本说明书中使用。

[0029] 两种方法都开始于四(羟甲基)磷(“THP”)盐或其缩合物与脲、胍、脘基脲、甘脲和多胺之一的反应产物。在实践中,来自THP化合物的磷基组分渗透到纤维性纤维内,从而赋予经处理的织物持久性阻燃性能。

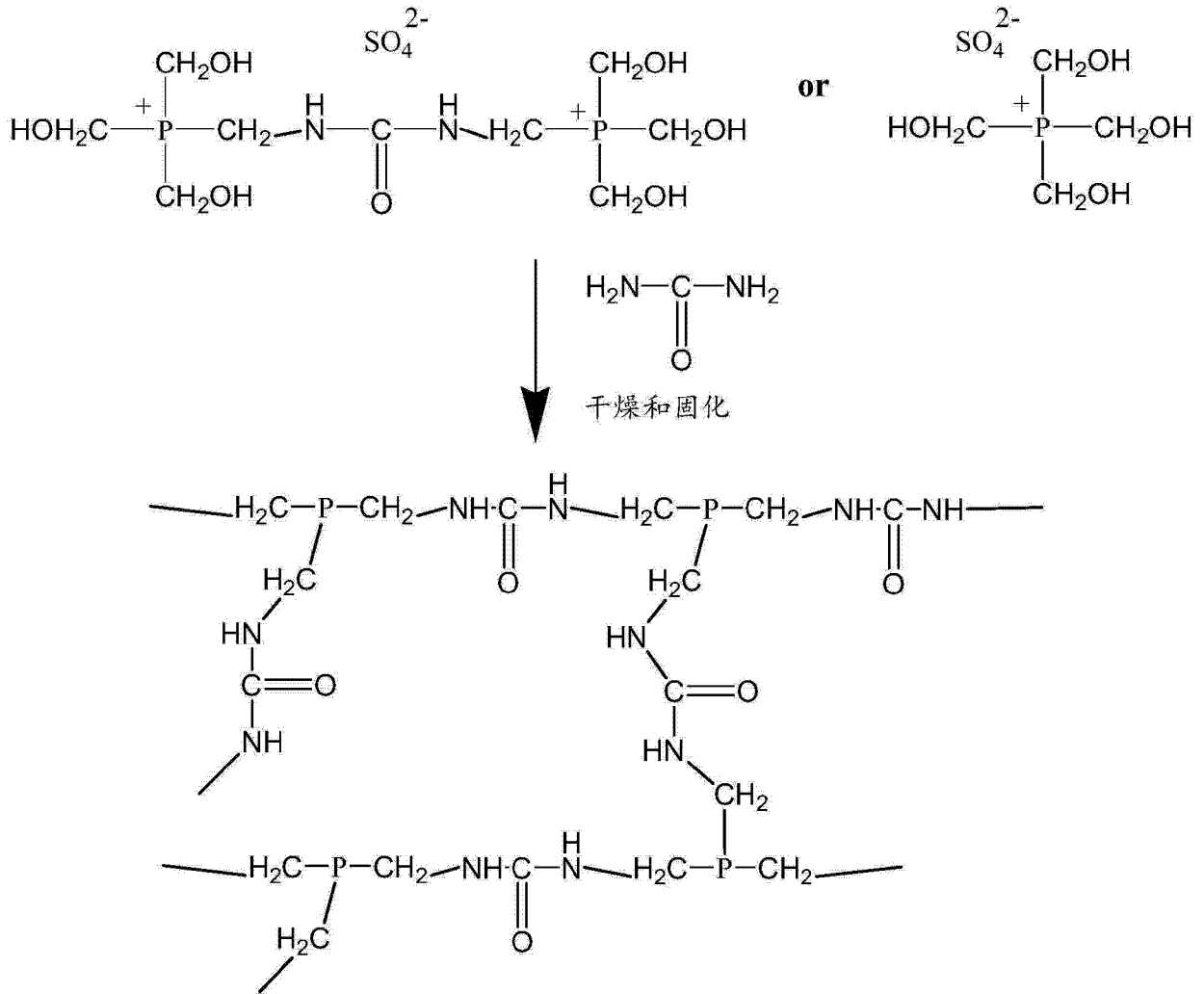
[0030] 术语“四羟甲基磷盐(tetrahydroxymethylphosphonium salt)”包括盐酸盐、硫酸盐、乙酸盐、碳酸盐、硼酸盐和磷酸盐。已经出乎意料地发现,四(羟甲基)硫酸磷(“THPS”)化合物当与脲、胍、脘基脲、甘脲和多胺之一结合时,至少与先前使用的THP缩合物表现一

样好。此类 THP 盐的一个实例是由 Cytec Industries of West Paterson, NJ 以商品名 **PYROSET®** TKOW 销售的四(羟甲基)硫酸磷(具有约 77% 固体和 11.5% 活性磷)。

[0031] 在一个实施方式中, THP 盐(例如, 硫酸盐)被用作阻燃化合物。THP 阻燃剂与脲的摩尔比是约 0.75:2 至约 0.75:4、约 0.85:1.8 至约 0.85:2.7 或约 0.85:2.1 至约 0.85:2.5。THP 盐浓度在制剂溶液的约 25wt% 至约 50wt% 或约 25wt% 至约 45wt% 的范围内。可选地, THP 盐与脲的缩合物(称为 THP-脲缩合物)而非 THP 盐可用于阻燃化合物。此种 THP 缩合物的一个实例由 Emerald Performance Materials of Charlotte, NC 以商品名 **PYROSAN®** C-FR(具有约 70% 固体和 10% 活性磷)销售。固体 THP-脲缩合物与脲的重量比率可在约 37:4 至约 37:15、约 37:6 至 37:12 或约 37:7 至 37:10 范围内。

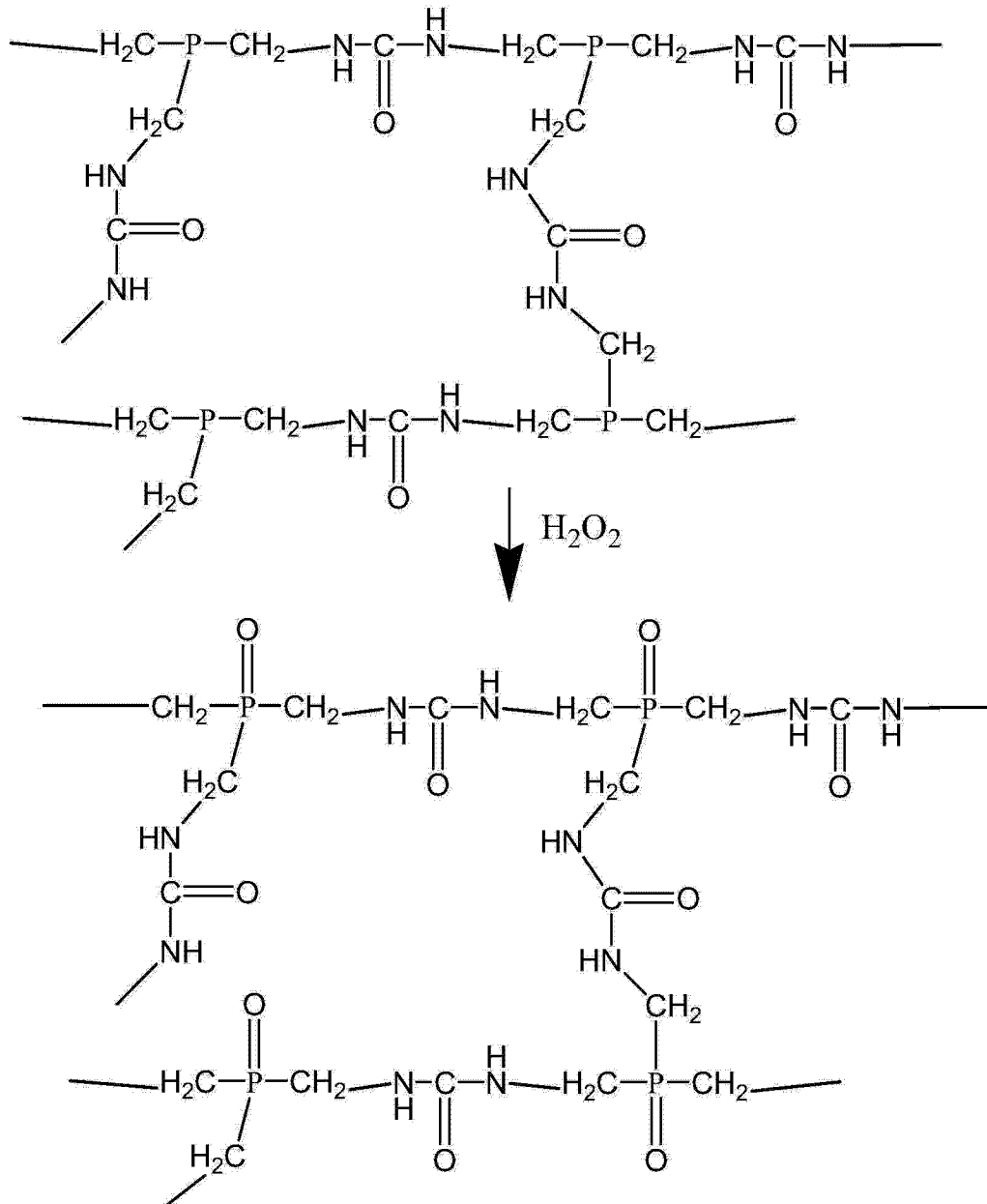
[0032] 接下来两种方法出现不同。在基于脲的方法中, 使 THP 盐或 THP 预缩合物在织物上与脲反应而生成中间体化合物, 其中磷化合物以其三价形式存在。这样的反应在织物中在足够高的温度下进行, 以使 THP(盐或缩合物)与纤维素纤维形成共价键, 从而赋予阻燃剂处理更大的洗涤耐久性。固化温度不能太高, 以至发生阻燃剂与纤维素纤维的过度反应, 这将另外导致纤维素纤维(和织物)弱化。类似地, 也必须谨慎控制固化时间, 以防 THP 与纤维素纤维反应过度。取决于所用的固化炉和传热效率, 固化温度可以在约 132°C (270° F) 至约 177°C (350° F) 的范围内, 而固化时间可以在约 1 分钟至约 5 分钟的范围内。更优选地, 固化温度在约 149°C (300° F) 至约 171°C (340° F) 范围内, 而固化时间在约 1 分钟至约 3 分钟范围内。

[0033]



[0034] 为将阻燃化合物固定至织物表面并将三价磷转化成其稳定的五价形式，将已处理织物输送经过过氧化物浴，在该浴中过氧化物将磷化合物氧化。该步骤如下所示。所产生的五价磷化合物包括酰胺连接基团。

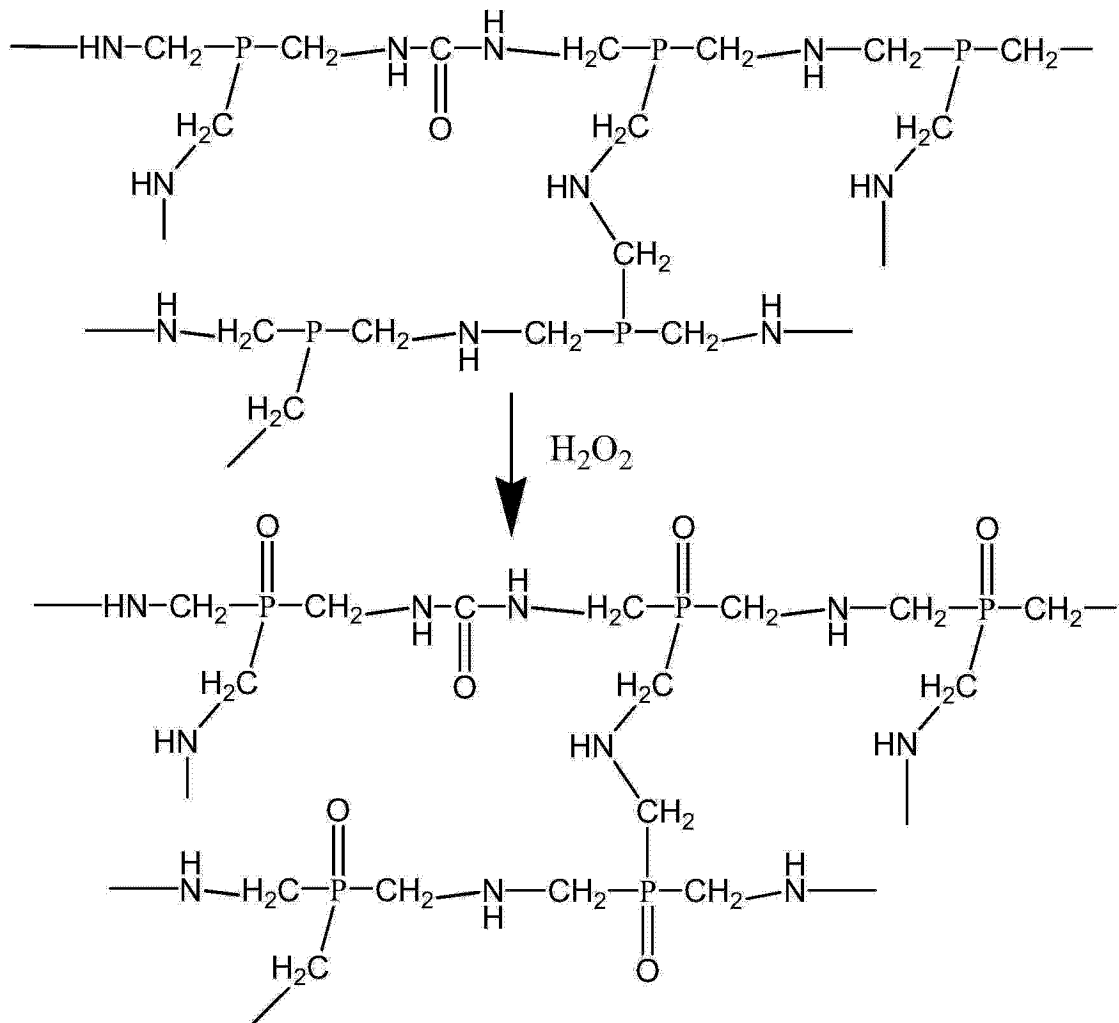
[0035]



[0036] 阻燃化学品的最佳添加 (add-on) 水平取决于织物重量和结构。通常,对于采用较轻重量织物的服装应用,优选达到基于未处理织物的重量为 1.5% -3.5% 磷添加水平。太少的以及具有讽刺意味地太多的阻燃剂看起来损害织物满足可燃性或机械强度标准的能力。

[0037] 在目标织物具有高合成含量(即,约 50%至约 65%)的一个实施方式中,除磷基阻燃化合物之外,还使用了芳族卤代化合物。与脂族卤代化合物相比,即使在与固化相关的高温下,芳族卤代阻燃化学也具备优良的紫外线稳定性和优良的热稳定性。优选地,芳族卤代化合物具有等于或小于约 $40^{\circ}C$ ($104^{\circ}F$) 的熔化温度,这使得其在室温附近为液体。

[0038] 术语“芳族卤代化合物”是指具有至少一个共价附着至芳环结构的卤基(例如,溴)的化合物。芳族溴化化合物包括例如一万-1,2-二(五溴苯基);四溴邻苯二甲酸酯;四溴双酚 A 及其衍生物;和亚乙基溴代双四溴邻苯二甲酰亚胺(ethylenebromobistetrabromophthalimide)。可以使用本领域已知的其他芳族卤代化合物来代替上面所列的溴化合物。



[0043] 充氨纤维素织物具有相对优良的阻燃性，特别是在那些纤维素纤维占纤维含量的大部分的情况下。此类氨处理的织物的另一优势在于其倾向于展示出柔软的手感和优良的撕裂强度。

[0044] 为纺织品基材赋予阻燃性的方法包括将选定的阻燃化学品施用于目标织物。所述方法的该步骤的目的是用处理化学（以及任选的添加剂，如在下面讨论的）浸渍织物，这通过用溶液浸透织物而使其完全渗透到织物中来完成。优选地，这通过浸轧（padding）来完成——即，使目标织物经过含阻燃剂溶液和任何其他所需添加剂（诸如湿润剂和 pH 控制用缓冲剂）的水浴，且随后使其经过轧辊（nip rollers）。可选地，可利用任何已知的涂覆技术对织物进行喷涂或涂布。

[0045] 浸轧可在任何常规设备上进行，但是具有轧辊的设备是优选的，以确保浴化学品充分渗透到织物中。假定 60% 纤维吸液率（wet pick-up rate），为实现 1.5% - 3.5% 磷沉积而产生的典型浸轧浴（pad bath）将包含约 25-50wt% 的 THP 盐或 THP 缩合物，并具有少量的湿润剂、软化剂和缓冲剂（例如，乙酸钠）。已经发现，为增加浴稳定性，组分优选以下述次序结合：湿润剂与水、缓冲剂、软化剂和阻燃剂。利用搅拌来完成适当的结合。

[0046] 当制备制剂时，可添加少量的碱性物质以将 pH 调节至约 5 至约 8 的范围，以及更优选地，调节至约 5 至约 7 的范围。已经发现，当 pH 太低时，往往产生不完全固化。相反，当 pH 太高时，阻燃整理（finish）的耐水洗性能受到不利影响。碱金属氢氧化物，例如碳酸

钠（苏打灰）、乙酸钠和磷酸钠，可用于调节制剂的 pH。

[0047] 优选地，柔软剂（也称为“软化剂”）包含在阻燃化学品浴中，以显著改进所处理织物的手感。已经发现，软化剂的引入还改进成品织物的撕裂强度。很明显，针对该目的而选择的软化剂对所产生织物的易燃性不应具有有害影响。例如，硅酮和硅酮基软化剂（诸如聚二甲基硅氧烷、氨基硅氧烷和季硅酮 (quarternary silicone)）提供优良的手感，但是不利地影响织物的易燃性。也已经发现一些磺化油不利地影响易燃性。一些软化剂，包括多胺和一些季胺在内，当大量存在时不适用于本申请，原因在于其在固化条件下不稳定。

[0048] 因此，可改为使用阳离子软化剂以赋予所处理织物柔软性，诸如聚烯烃、改性聚烯烃、乙氧基化醇、乙氧基化酯油、烷基甘油酯、脂肪酸衍生物、脂肪吡啶啉、烷属烃 (parafins)、卤代蜡和卤代酯。可以使用单一软化剂或不同软化剂的组合。如果与上面所列类型的另一种软化剂相结合，还可以使用少量的烷基胺和季烷基胺 (quaternary alkylamines)。

[0049] 在一个实施方式中，除前面所述的软化剂之外，可以使用熔化温度小于约 40°C (104° F) 的芳族卤代化合物，诸如上面所述的那些，或者可以使用所述芳族卤代化合物来代替前面所述的软化剂。此类芳族卤代化合物提供赋予阻燃性和柔软性的双重益处。

[0050] 除软化剂之外，可将其他纺织品整理化合物加至浴溶液中，其包括但不限于湿润剂、表面活性剂、易去污剂 (stain release agent)、防污剂 (soil repel agents)、抗微生物化合物、芯吸剂 (wicking agents)、抗静电剂、抗菌剂、抗真菌剂等。有利地，可将需要或受益于高温热定形或固化的化学品引入阻燃剂浴化学中。作为又一可选方式，如在本文进一步描述的，在应用阻燃剂化学之后可应用防污剂化学。

[0051] 一种可能优选的可赋予耐水洗抗污性和污迹去除的化学组合描述在 Kimbrell 等的美国专利公开第 2004/0138083 号中，该专利公开的内容因此通过参考引入。简言之，用于赋予基材持久抗污性和污迹去除的组合物通常由下述组成：亲水性易去污剂、疏水性抗污剂 (stain repellency agent)、疏水性交联剂，以及任选地，为基材赋予各种所需特性的其他添加剂。在该公开中，考虑了一种新化学组合物，其中上述每种化学剂的相对含量和链长可被最优化，以在单一化学组合物中实现不同所需的目标基材的性能水平。

[0052] 亲水性易去污剂可包括乙氧基化聚酯、磺酸化聚酯、乙氧基化尼龙、羧基化丙烯酸类树脂、纤维素醚或酯、水解聚马来酸酐聚合物、聚乙烯醇聚合物、聚丙烯酰胺聚合物、亲水性氟化污迹去除聚合物、乙氧基化硅酮聚合物、聚氧乙烯聚合物、氧乙烯 - 氧丙烯共聚物等或它们的组合。亲水性氟化污迹去除聚合物可以是优选的易去污剂。该种类型的可能优选的非限定性化合物包括 UNIDYNE[®] TG-992 和 UNIDYNE[®] S-2003，均得自 Daikin Corporation；REPEARL[®] SR1100，得自 Mitsubishi Corporation；ZONYL[®] 7910，得自 DuPont；和 NUVA[®] 4118（液体），来自 Clariant。用亲水性污迹处理基材通过产生表现出高表面能的表面。

[0053] 疏水性抗污剂包括蜡、硅酮、一些疏水性树脂、氟聚合物等或其组合。氟聚合物可以是优选的抗污剂。该种类型的可能优选的非限定性化合物包括 REPEARL[®] F8025 和 REPEARL[®] F-89，均得自 Mitsubishi Corp.；ZONYL[®] 7713，得自 DuPont；E061，

得自 Asahi Glass ; NUVA[®] N2114(liquid), 得自 Clariant ; 和 UNIDYNE[®] S-2000、UNIDYNE[®] S-2001、UNIDYNE[®] S-2002, 所有这些得自 Daikin Corporation。用疏水性抗污剂处理基材通常产生表现出低表面能的表面。

[0054] 疏水性交联剂包括那些不溶于水的交联剂。更具体而言, 疏水性交联剂可包括含嵌段异氰酸酯的单体 (诸如嵌段二异氰酸酯)、含嵌段异氰酸酯的聚合物 (诸如嵌段二异氰酸酯)、含环氧的化合物等, 或它们的组合。含二异氰酸酯的单体或含二异氰酸酯的聚合物可以是优选的交联剂。然而, 含两个或更多个嵌段异氰酸酯化合物的单体或聚合物可以是最优选的交联剂。一个可能优选的交联剂是同样可得自 Mitsubishi Corp 的 REPEARL[®] MF。其他包括得自 Clariant 的 ARKOPHOB[®] DAN、得自 Shell 的 EPI-REZ[®] 5003W55 和得自 DuPont 的 HYDROPHOBOL[®] XAN。

[0055] 施用于基材的化学组合物的总量以及每种化学剂占该化学组合物的比例可在很宽范围内变化。施用于基材的化学组合物的总量通常将取决于基材的组成、特定最终用途应用所需的耐久性水平以及该化学组合物的成本。作为总的指导, 施用于所述基材的化学固体的总量将在基于该基材重量的约 10% 至约 40% 范围内。更优选地, 施用于所述基材的化学固体的总量可在基于该基材重量的约 20% 至约 35% 范围内。抗污剂与易去污剂与交联剂的典型固体比例和浓度比可在约 10:1:0 与约 1:10:5 的范围内, 包括可见于该范围内的所有比例和比。优选地, 抗污剂与易去污剂与交联剂的典型固体比例和浓度比可在约 5:1:0 与约 1:5:2 范围内。最优选地, 抗污剂与易去污剂与交联剂的典型固体比例和浓度比可以是 1:2:1。

[0056] 基于被改良的每种性质的重要性, 易去污剂与抗污剂与交联剂的比例同样是可以变化的。例如, 对于特定最终用途应用而言, 较高水平的抵抗性可能是必需的。因此, 抗污剂的量相对于易去污剂的量可能增加。可选地, 可能认为较高水平的污迹去除相比高水平的抗污性更重要。在这种情况下, 易去污剂的量相对于抗污剂的量可能增加。

[0057] 任选地, 除上述易去污剂和 / 或抗污剂之外, 或代替它们, 可将卤代晶格加入阻燃剂浴中以进一步增加阻燃整理的耐久性。术语“卤代晶格 (halogenated lattices)”是指聚氯乙烯、聚偏二氯乙烯、溴化聚苯乙烯、氯化烯烃、聚氯乙烯二烯等的均聚物和共聚物。在一些情况中, 可能需要单独施用易去污剂和防污剂。

[0058] 接下来, 在低温下干燥用基于脲的方法处理的织物。在这种情况下, 术语“低温”包括通常小于约 150 °C (302 ° F) 的温度, 且最优选为约 100 °C (212 ° F) 至约 150 °C (302 ° F)。这种低温干燥可在任何常规类型的干燥设备中进行足以除去约 85% 至约 100% 的织物含水量的时间。尽管该步骤对大多数应用而言是优选的, 特别是用于确保遍及织物均匀处理以及确保阻燃性能的一致性, 但是可通过在一个步骤中施加高温加热使其缩短或将其代替 (步骤 30)。

[0059] 接下来, 在高温下干燥用基于脲的方法处理的织物。在这种情况下, 术语“高温”包括约 150 °C (302 ° F) 至约 190 °C (374 ° F) 范围内的温度, 且更优选地, 约 160 °C (320 ° F) 至约 180 °C (356 ° F) 范围内的温度, 这些温度用于约 20 秒至约 180 秒范围内的时间段。固化温度促进 THP 阻燃化合物与纤维素纤维 (例如, 棉纤维) 上的羟基基团之间的化学反应, 从而增加该阻燃处理的耐水洗性。已经发现, 低于约 150 °C (302 ° F) 的温度通常不足以固

化阻燃剂化学,而高于约 190°C (374° F) 的温度趋向于促进阻燃剂化学与纤维素纤维之间的过度反应,该反应使织物变差和弱化。优选独立的干燥和固化步骤,因为它们已在已处理织物中提供改进的阻燃性能,而且在制造过程中提供更大的过程控制。

[0060] 为完成织物内阻燃化学品的反应,应氧化已处理的织物,以将三价磷转化成无毒且更稳定的五价形式。氧化步骤也有助于从固化织物中去除任何残留的气味,并产生阻燃织物对长期洗涤的最大耐久性。氧化可以连续工序发生(诸如,通过在连续设备上用过氧化物溶液浸渍固化织物)或以分批法发生(诸如,通过将固化织物浸没在浴、桶、夹具(jig)或喷射容器中的过氧化物溶液中)。

[0061] 在连续工序中,使织物输送经过氧化剂(例如,过氧化氢)以及任选湿润剂和/或表面活性剂的水溶液,这使得上面所述的磷化合物基本转化成稳定、耐用且与织物聚合的五价磷酸盐化合物。将经固化的织物(利用基于脲或基于氨的方法)浸没在该过氧化物浴中以磷化合物并去除可能在固化过程中产生的气味。过氧化物浴含有具有约 3% 至约 50% 的过氧化物诸如过氧化氢的溶液。优选的浸没期间在约 10 秒至约 90 秒范围内。过氧化物浴可任选被加热至约 30°C (86° F) 至约 50°C (122° F) 的温度。

[0062] 接下来,将织物浸没在由适当浓度的苛性钠(caustic)制成的中和乳液中。优选地,尽管不是绝对必需,将织物在含约 2% 至约 10% 苛性钠的苛性钠浴中浸没约 60 秒的期间。在苛性钠浴中浸没之后,然后在水中漂洗织物,以从已中和的织物去除任何残留的碱。优选地,水被加热至约 49°C (120° F) 至约 60°C (140° F) 的温度。

[0063] 任选地,然后将织物输送经过含约 0.5% 至约 20% 且优选含约 0.5% 至约 5% 还原剂的浴,以将织物上可释放量的甲醛还原。优选地,甲醛含量降低到 300ppm 或更少;最优选,降低至 200ppm 或更少。合适的还原剂包括在上述温度(即,约 20°C 至约 80°C)下与甲醛反应的有机或无机化合物,其实例包括但不限于亚硫酸盐、亚硫酸氢盐(包括亚硫酸氢钠和亚硫酸氢铵)、硫代硫酸盐、脲化合物(包括脲、硫脲、亚乙基脲和羟基亚乙基脲)、胍唑、三聚氰胺、二氰基酰胺、biuril、碳二酰肼、二乙二醇、酚类、苯硫酚、受阻胺等。

[0064] 已经发现,将织物输送经过浸轧机/轧辊装配对于该目的非常有效。优选地,还原剂浴的温度为约 20°C (68° F) 至约 80°C (176° F),织物对该浴的暴露时间为约 20 至约 60 秒,且轧辊压力为约 15psi 至约 60psi。这可通过下述两种方式之一完成:浸没织物、漂洗织物(以除去还原剂)并使织物经轧辊;或者浸没织物,然后使织物经过轧辊,并可选地经过真空,或者两者兼有。后一种方法—其中省去漂洗步骤—是优选的,因为与织物被漂洗时所得到的含量相比,在织物上少量还原剂的存在倾向于在织物上产生较少释放的甲醛。

[0065] 接下来,然后使织物在相对低的温度下干燥(即,低于固化温度),以从织物上去除水分。任选地,可将已处理的织物风干。

[0066] 用来自四(羟甲基)磷盐或其缩合物的阻燃剂反应产物处理的织物在某些条件下往往具有可释放的甲醛。可释放甲醛含量可利用 AATCC 测试方法 112 - 来自织物的甲醛释放测定来测量。尽管文献中报告可非常大量的可能的甲醛清除剂,但是很多已知的甲醛清除剂在降低本文所述的阻燃织物上的可释放甲醛方面是无效的。但是,发现酰肼在将可释放甲醛水平降低至小于约 100ppm 方面具有出乎意料地限制效果。任何脂族和芳族酰肼考虑在内。酰肼的实例包括碳酰肼、半碳酰肼(semicarbohydrazide)、己二酰肼、乙二酰肼、马来酰肼、卤素取代的苯甲酰肼(benoinic hydrazide)、苯甲酰肼、羟基苯甲酰肼、二羟基苯甲

酰肼、氨基苯甲酰肼、烷基取代的苯甲酰肼、乙酰肼、辛酰肼、癸酰肼、己酰肼、丙二酰肼、甲酰肼、草酰肼、甲苯磺酰肼、丙酰肼、水杨酰肼和硫代半碳酰肼。

[0067] 酰肼通常在织物上以足以将可释放甲醛含量降低至 300ppm、200ppm 或 100ppm 或更少的量使用。优选地，可释放甲醛含量小于 200ppm，更优选小于 100ppm，更优选小于 75ppm。使用含酰肼的溶液来浸渍、涂覆或以其他方式施用于用得自四（羟甲基）膦盐或其预缩合物的 FR 产物处理的织物。织物上的酰肼量可在按重量计 0.2% 至约 6%、0.5% 至约 3% 或 1-2% 范围内。在酰肼被施用于阻燃剂处理的织物之后，然后将织物干燥，以去除任何挥发性溶剂。发现高温影响酰肼处理的效力。通常要控制干燥温度，使得织物温度不会到达 300° F 之上超过 10 秒左右。织物温度优选控制在 160° F 与 290° F 或 180° F 与 250° F 之间。

[0068] 织物 pH 可被进一步调节至 4 到 8 之间或 5 到 7 之间。酰肼处理后高于 8 的 pH 往往造成织物变色。低于 4 的 pH 可不会引起最有效的可释放甲醛还原。在酰肼处理之前可将织物在含碱水溶液中洗涤、漂洗，以确保织物 pH 落在所需范围内。可选地，还可将缓冲化合物加至酰肼处理溶液中，以将织物 pH 调节至上述范围。可使用本领域技术人员已知的任何缓冲化合物。缓冲化合物的实例包括羟基胺、胺、磷酸氢盐、乙酸盐、柠檬酸盐、硅酸盐等的碱金属盐。羟基胺的实例包括三乙醇胺、二乙醇甲胺、二乙基乙醇胺、氨基甲基丙醇、氨基乙基丙醇、三（羟甲基）氨基甲烷、氨基丙二醇、氨基丁醇、氨基甲基丙二醇、噁唑烷及其衍生物。受阻胺和叔胺也可以与酰肼一起用作缓冲物质。

[0069] 任选将防污剂施用于织物的一侧。任选地，易去污剂可与防污剂一起引入。防污剂和易去污剂是上面提供的那些。优选的施用方法是通过起泡，使得防污剂（和任选地，易去污剂）定位在已处理织物的一侧，优选不与穿用者皮肤接触的面向外的一侧。起泡可通过将起泡剂引入防污剂 / 易去污剂溶液中并将空气搅拌进入混合物中来实现。合适的起泡剂包括氧化胺、两性离子表面活性剂和硬酯酸铵。

[0070] 已经发现特别是防污剂的这种施用特别有利于延长由该处理织物制造的服装的使用寿命。已经充分得到证明的是阻燃服装的使用寿命通常被缩短是因为这些衣物被油垢诸如油弄脏。这些类型的污渍不仅很难借助常规洗涤去除，而且污渍本身往往是易燃物。因此，向处理织物的至少面向外一侧提供防污剂以防止这些污渍被处理织物吸收是有利的。此外，已经发现，通过将防污剂施用于织物的面向外一侧，织物的芯吸性能得到保持，从而保留了服装穿着者的舒适水平。

[0071] 如果施用了易去污剂，则要对防污剂和 / 或易去污剂进行干燥以及可能进行固化。这种干燥和 / 或固化所用的温度通常在约 150°C (302° F) 至约 190°C (374° F) 范围内，这要取决于所用的具体防污剂和任选地易去污剂。

[0072] 值得注意的是，用氨化法处理的织物（即，已经用阻燃化学品处理然后暴露于气体氨的那些织物）在某些情况下可能随后不用防污剂处理，如上所述，因为这些防污化学通常需要高温条件来进行干燥和 / 或固化。在这些条件下，氨处理的织物产生讨厌的气味。因此，本方法提供了一种可赋予处理织物防污化学的可行方法，其中氨化方法的使用者难以获得该防污化学。

[0073] 为进一步增强织物的手感，织物可任选且优选机械表面处理进行处理。如下所述的机械表面处理使在固化和织物处理过程中赋予织物的应力松弛，破坏固化过程中硬化

的纱线束,且增加了处理织物的撕裂强度。因为在大部分情况中单独的软化剂不足以在处理纤维中赋予所需程度的柔软性和柔韧性,因此推荐使用机械表面处理。

[0074] 此类机械表面处理的代表性实例包括用高压气流或水流处理,如在 Dischler 的美国专利 4,837,902;Dischler 的美国专利 4,918,795;Love, III 的美国专利 5,033,143;Dischler 的美国专利 5,822,835;和 Emery 等的美国专利 6,546,605 中所述;抗砂磨辊的间歇式冲击,如在 Otto 的美国专利 4,631,788 中所述(所有这些专利通过参考并入本文);用蒸汽喷射处理;针刺;粒子轰击 (particle bombardment);冰喷射 (ice-blasting);回转 (tumbling);石磨水洗 (stone-washing);经过喷射口压缩;以及用机械振动、积聚弯曲 (sharp bending)、剪切或压缩处理。除一种或多种上述方法外可使用机械预缩整理法,以改进织物手感以及控制织物的收缩。

[0075] 可使用其他机械处理以为处理织物赋予柔软性,而且所述处理之后还可进行机械预缩整理,包括:起绒;用金刚钻涂覆的起绒线起绒;无磨料砂磨 (gritless sanding);对突起表面进行压花砂磨;珠击 (shot-peening);喷砂;刷新;浸渍毛刷滚;超声搅拌;磨毛 (sueding);刻纹或压花辊磨蚀;对另一物质或利用另一物质冲击,诸如相同或不同的织物、研磨基材、钢丝绒、金刚砂粒辊 (diamond grit rolls)、碳化钨辊、蚀刻或刻痕辊 (scarred rolls) 或砂纸辊等。

[0076] 有效的机械处理通过破坏阻燃整理、使(纱线束内的)纤维彼此分开和/或使个体纱线弯曲而提供软化效果,从而增加已处理织物的柔韧性和撕裂强度。通过高速流体喷射和机械冲击进行的弯曲例如导致已处理织物的手感有效软化并改进已处理织物的撕裂强度。

[0077] 重要的是,所产生的阻燃织物成功地满足很多最终用途的阻燃性要求。此外,这些织物倾向于表现出用永压树脂处理过的织物特征—即,倾向于抗皱、保持其形状且经过洗涤还保留折痕或褶印—而无需使用其他永压树脂。这些织物如果用烘干机烘干的话通常无需熨烫,这使得它们可有利于用在制服织物 (uniform fabric)。

[0078] 据认为,该方法在高温下引发反应性 THP 或 THP 缩合物与纤维素纤维的羟基基团的化学偶联反应,生成磷阻燃剂与棉纤维的共价键。反应性 THP 还与纤维素纤维(例如,棉纤维)彼此交联,其方式可使洗涤后织物的平铺晒干外观得以改善(即,当洗涤时,已处理织物相比未处理织物平铺时更平整)。

[0079] 如上所述,易去污剂和/或抗污剂可被单独或组合引入阻燃剂浴中以提高额外的污迹去除和/或抗污性能。这些性能可无需随后的处理步骤即可获得,随后的处理步骤增加产生时间和成本。此外,使用前述优选的易去污剂和防污剂对处理织物满足阻燃性要求的能力没有不利影响。在一些情况中,将这些化合物引入阻燃剂浴中导致阻燃剂处理的耐久性提高。

[0080] 下述非限定性实施例代表按照本发明方法制备的阻燃织物。

[0081] 实施例

[0082] 测试方法

[0083] 评价:可燃性

[0084] 按照名称为“利用装有仪器的假人评价耐闪火模拟阻燃衣物的标准测试方法 (Standard Test Method for Evaluation of Flame Resistant Clothing for Protection

Against Flash Fire Simulations Using an Instrumented Manikin) ”的测试方法 ASTM F1930, 采用三秒暴露时间, 利用装有仪器的假人 (通常称为“PYROMAN®”) 设备, 评价织物实施例的可燃性能。当静止直立的假人在通过嵌入假人皮肤中的一组传感器测定的校准后 $2.0\text{cal}/\text{cm}^2\text{s}$ 热通量下暴露于急骤燃烧时, 该测试方法提供对在该静止直立假人上服装和衣服总体性能的测量。按照行业标准 NFPA 2112-2007, 小于 50% 的身体烧伤百分比被认为是通过。

[0085] 评价: 电弧测试

[0086] 按照名称为“测定衣物用材料的电弧评级的标准测试方法 (Standard Test Method for Determining the Arc Rating of Materials for Clothing) ”的测试方法 ASTM F1959, 还评价织物实施例的电弧防护。该测试方法意在测定物质或物质组合的电弧评级。下面报告的数字是每一实施例的电弧热性能值 (ATPV), 其中数字越高表示防护免受热灼伤越好。至少 $4\text{cal}/\text{cm}^2$ 但小于 $8\text{cal}/\text{cm}^2$ 的电弧评级适于危险 / 风险分类 (HRC) 1, 至少 $8\text{cal}/\text{cm}^2$ 但小于 $25\text{cal}/\text{cm}^2$ 的电弧评级满足 HRC 2, 至少 $25\text{cal}/\text{cm}^2$ 但小于 $40\text{cal}/\text{cm}^2$ 的电弧评级满足 HRC 3, 以及至少 $40\text{cal}/\text{cm}^2$ 的电弧评级满足 HRC 4。

[0087] 实施例 1-3

[0088] 实施例 1

[0089] 实施例 1 中所用的织物是重量为 $5.69\text{oz}/\text{yd}^2$ 、2x1 斜纹组织的钱布雷布织物。经纱和纬纱是按重量计 88/12 的棉和尼龙混纺纱。

[0090] 织物由染蓝色的经纱和未染色的纬纱织成。然后按照退浆、洗涤和干燥的步骤, 将其在标准平幅连续处理设备 (standard open width continuous preparation range) 上制得。织物被收起 (taken-up) 用于其他加工。

[0091] 将 FR 处理以下述方式应用于织物。使织物经过四 (羟甲基) 磷 (THP) 预缩合物硫酸盐、脲和阳离子软化剂的浸轧浴 (pad bath), 之后进入固化炉。所述 THP 盐缩合物为制剂溶液的约 55wt%。

[0092] 使 THP 盐在织物上与脲反应以产生中间体化合物, 其中磷化合物以其三价形式存在。此种反应在约 330°F 的温度下在织物中进行约 1 分钟以使 THP (盐或缩合物) 与纤维素纤维形成共价键, 从而为阻燃处理赋予较大的耐水洗性能。然后将已处理的织物输送经过过氧化物浴, 在该浴中, 过氧化物氧化磷化合物而将阻燃化合物固定至织物表面并将三价磷化合物转化成为其稳定的五价形式。

[0093] 在 FR 处理之后, 再次将织物干燥并收起用于另外的处理。将织物置于拉幅设备 (tenter range) 进行整理, 并使其经过含甲醛清除剂的浸轧机, 且高密度聚乙烯用作润滑剂。并将织物以约 3% 超喂量 (3% overfeed) 超喂到拉幅针板 (tenter pin) 上, 并在约 160°C (320°F) 的炉中干燥约 70 秒。

[0094] 在化学整理之后, 使织物经历经由多个高压 (40 - 90psig) 空气喷射进行的机械处理, 其引起织物中的震动并且其导致织物手感软化且撕裂强度改善。这种机械处理详细描述于均授予 Dischler 的美国专利 4, 837, 902 ;US 4, 918, 795 ;和 US 5, 822, 835 中。机械处理后, 使织物经过机械预缩整理机 (sanforizer) 进行处理以便压缩和预收缩。

[0095] 实施例 2

[0096] 实施例 2 所用的织物是来自 Westex 的商购得到的 2x1 斜纹组织的阻燃钱布雷布

织物。该织物作为来自 2008 年贸易展览的营销宣传手册中的样品获得。经纱是按重量计 75/25 的棉和尼龙混纺纱,而纬纱是 100%棉(白色),整体为按重量计 88/12 的棉和尼龙混纺纱。据信 Westex 产品利用了说明书中所述的基于氨的 FR 处理和机械处理。

[0097] 实施例 3

[0098] 实施例 3 所用的织物是来自 Bulwark 的商购得到的 2x1 斜纹组织的阻燃单色织物,为 Bulwark Excel FR 6.0oz 2x1 斜纹布卡其色衬衫。该衬衫于 2009 年 9 月购自 VF Imagewear,即 Bulwark 的母公司。所列的产品 ID 为 SLU6KH,腰 RG,长 XL。经纱是按重量计 75/25 的棉和尼龙混纺纱,纬纱是 100%棉,整体是按重量计 88/12 的棉和尼龙混纺纱,且织物是染色的卡其色色度。据信 Bulwark 产品利用了说明书中所述的基于氨的 FR 处理,但不清楚机械处理是否应用于该织物。

[0099]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3
织物组织类型	2x1 斜纹布	2x1 斜纹布	2x1 斜纹布
经纱 (棉/尼龙)	88/12	75/25	75/25
纬纱	88/12 cot/nyl	100%棉	100%棉
整体混纺纱 (棉/尼龙)	88/12	88/12	88/12
FR 化学	脲类型	认为是氨类型	认为是氨类型
颜色	蓝色	蓝色	卡其色
物理特征			
重量(oz/yd ²)	5.69	6.3	6.41
厚度 - 按原样(密耳)	16.4	17.35	16.4
3 次 120F 家庭洗涤之后的重量 (oz/yd ²)	5.6	6.02	6.58
3 次 120F 家庭洗涤之后的厚度 (密耳)	20.7	21.0	20.4
FR 性能			
电弧评级 - ATPV (cal/cm ²)	6.5	5.2	5.8
PYROMAN - %身体烧伤			
舒适度特征			
按原样的平均透气度(cfm)	98		48.9
3 次 120F 家庭洗涤之后的平均透气度(cfm)	82.37		32.5

[0100] 表 1 - 实施例 1-3 的物理和性能特征

[0101] 实施例 1-3 是重量小于 7oz/yd²的斜纹组织。每种织物按原样具有的厚度均小于 19.5 密耳,而且在 3 次家庭洗涤之后所具有的密度小于 25 密耳。如从表 1 可见,实施例 1-3

中每一个不能满足 HRC2 电弧评级要求（大于或等于 $8\text{cal}/\text{cm}^2$ 是通过）。

[0102] 实施例 4-6

[0103] 实施例 4

[0104] 实施例 4 所用的织物是按原样重量为 $6.9\text{oz}/\text{yd}^2$ 的 4x1 缎纹组织织物。经纱和纬纱是按重量计 88/12 的棉和尼龙混纺纱。织物的处理与实施例 1 相同，只是织物被染浅蓝色而且没有机械整理过程。

[0105] 实施例 5

[0106] 实施例 5 所用的织物是按原样重量为 $6.48\text{oz}/\text{yd}^2$ 的 4x1 缎纹组织织物。经纱和纬纱是按重量计 88/12 的棉和尼龙混纺纱。织物的处理与实施例 1 相同（包括 FR 处理、甲醛处理、润滑剂、机械整理和机械预缩整理机处理），只是织物染深蓝色。

[0107] 实施例 6

[0108] 实施例 6 所用的织物是按原样重量为 $6.29\text{oz}/\text{yd}^2$ 的 4x1 缎纹组织织物。经纱和纬纱是按重量计 88/12 的棉和尼龙混纺纱。织物的处理与实施例 1 相同，只是代替实施例 1 中所用的基于脲的 FR 处理，使用基于氨的处理（如说明书中所述）。

[0109]

	实施例 4	实施例 5	实施例 6
织物组织类型	4x1 纬缎	4x1 纬缎	4x1 纬缎
经纱类型(棉/尼龙)	88/12	88/12	88/12
纬纱(棉/尼龙)	88/12	88/12	88/12
整体混纺纱(棉/尼龙)	88/12	88/12	88/12
FR 化学	脲类型	脲类型	氨类型
颜色	浅蓝色	深蓝色	卡其色
物理特征			
重量 (oz/yd^2)	6.9	6.48	6.29
厚度 - 按原样(密耳)	19	20	20.8
3 次 120F 家庭洗涤之后的重	6.84	6.51	6.8

[0110]

量 (oz/yd ²)			
3 次 120F 家庭洗涤之后的厚度 (密耳)	24.5	27.2	29.8
FR 性能			
电弧评级 - ATPV (cal/cm ²)	7.1	8.9	8.8
PYROMAN - % 身体烧伤	26.2	39.0	--
舒适度特征			
按原样的平均透气度(cfm)	124	147.3	130.3
3 次 120F 家庭洗涤之后的平均透气度(cfm)	103	120	--

[0111] 表 2 - 实施例 4-6 的物理和性能特征

[0112] 如从表 2 可见,实施例 4 不含机械处理,不具有按原样大于 19.5 密耳的厚度以及 3 次洗涤后大于约 25 密耳的厚度。实施例 4 未能满足 HRC2 电弧测试要求。实施例 5 和 6 满足所有的限定,即它们的重量小于 7oz/yd²,按原样厚度大于 19.5,3 次洗涤之后的厚度大于 25 密耳,且透气度大于约 60cfm。实施例 5 和 6 通过了 HRC2 电弧测试和 pyroman 测试要求。

[0113] 实施例 7-10

[0114] 实施例 7

[0115] 实施例 7 所用的织物是按原样重量为 7.69oz/yd²的 3x1 斜纹组织织物。经纱和纬纱是按重量计 88/12 的棉和尼龙混纺纱。织物的处理与实施例 1 相同(包括 FR 处理、甲醛处理、润滑剂、机械整理和机械预缩整理机处理),只是织物染成深蓝色。

[0116] 实施例 8

[0117] 实施例 8 所用的织物是按原样重量为 7.45oz/yd²的 3x1 斜纹组织织物。经纱是按重量计 75/25 的棉和尼龙混纺纱,而纬纱为 100%棉。织物的处理与实施例 1 相同(包括 FR 处理、甲醛处理、润滑剂、机械整理和机械预缩整理机处理),只是织物染成深蓝色。

[0118] 实施例 9

[0119] 实施例 9 所用的织物是 2008 年网上购自 Bulwark 的商购 7oz 3x1 斜纹布 Excel FR 防护服,产品 ID CLBNV2。电弧评级同样来自服装标签,其列出电弧评级为 8.6ATPV。经纱是按重量计 75/25 的棉和尼龙混纺纱,而纬纱是 100%棉。织物被染成卡其色色度。据信 Bulwark 产品利用了说明书中所述的基于氨的 FR 处理,但不清楚机械处理是否应用于该织物。

[0120] 实施例 10

[0121] 实施例 10 所用的织物是来自 Westex 的商购 3x1 斜纹组织阻燃织物,为 7oz Westex Indura Ultrasoft Style 301 衬衫料。织物被列为 7oz,其所列的电弧评级为 8.7ATPV。经纱是按重量计 75/25 的棉和尼龙混纺纱,而纬纱是 100%棉。织物被染成深蓝色色度。据信 Westex 产品利用了说明书中所述的基于氨的 FR 处理和机械处理。

[0122]

	实施例 7	实施例 8	实施例 9	实施例 10
织物组织类型	3x1 斜纹布	3x1 斜纹布	3x1 斜纹布	3x1 斜纹布
经纱(棉/尼龙)	88/12	75/25	75/25	75/25
纬纱	88/12 C/N	100%棉	100%棉	100%棉
整体混纺纱 (棉/尼龙)	88/12	88/12	88/12	88/12
FR 化学	脲类型	脲类型	氨类型(认为)	氨类型(认为)
颜色	深蓝色	深蓝色	卡其色	深蓝色
物理特征				
重量 (oz/yd ²)	7.69	7.45	7.96	7.6
厚度 - 按原样(密耳)	0	18.8	20.6	20.7
3 次 120F 家庭洗涤之后的重量 (oz/yd ²)	7.7	7.82	8.3	7.7
3 次 120F 家庭洗涤之后的厚度 (密耳)	26.05	26.35	23.0	24.5
FR 性能				

[0123]

电弧评级 - ATPV (cal/cm ²)	9.2	9.2	8.6*	8.7*
PYROMAN - % 身体烧伤	18.3	19.12	0	28
舒适度特征				
按原样的平均透气度(cfm)	68.3	88.9	32	33
3 次 120F 家庭洗涤之后的平均透气度 (cfm)	48.5	--	30.0	36.0

[0124] * 制造商提供, 未测试

[0125] 表 3 - 实施例 7-10 的物理和性能特征

[0126] 如从表 3 可见, 实施例 7-10 中每一个的确满足 FR 测试, 但是所有实施例 7-10 都具有大于 7oz/yd² 的重量。这些较高重量的织物不是优选的, 因为它们倾向于更重而且具

有较低的透气度,导致穿着较不舒服。

[0127] 如从实施例 1-10 可见,仅实施例 5 和 6 具有低重量、高厚度、高透气度而且都通过了 pyroman 和电弧测试,从而生产出阻燃及抗电弧的轻质缎纹组织织物防护服。

[0128] 甲醛清除

[0129] 将由 88% 棉纤维和 12% 尼龙 6,6 纤维制成的机织织物染色并用含四(羟甲基磷)-脲缩合物的阻燃剂整理,以及用多种不同的后处理溶液浸渍。利用 AATCC 测试方法 112-“来自织物的甲醛释放测定:密封罐法 (Determination of Formaldehyde Release from Fabrics: Sealed Jar Method)”测量可释放甲醛。结果以基于所测试织物重量的检测甲醛 ppm 报告。

[0130]

处理溶液	按织物重量计的%添加量	可释放甲醛, ppm
水(对照)	0	563
碳酰肼	0.4	370
碳酰肼	0.8	210

[0131]

碳酰肼	1.2	117
碳酰肼	1.6	25
碳酰肼	3.2	30
己二酰肼	1.6	248
乙二酰肼	1.6	124

[0132] 表 4 - 处理的织物用不同甲醛清除剂处理时的可释放甲醛

[0133] 如从表 4 可见,按织物重量计至少 1.6% 添加量的碳酰肼所产生的可释放甲醛含量小于 75ppm。己二酰肼和乙二酰肼与对照相比确实降低可释放甲醛水平,并且在较高添加量下可进一步降低该水平。

[0134] 实施例 11

[0135] 该实施例展示通过用酰肼化合物处理如本文所述的阻燃纺织品而产生的对可释放甲醛的作用。

[0136] 如上所述对重量约 7oz/yd² 的织物进行处理,该织物通过编织经纱和纬纱制成,经纱和纬纱包括约 88wt. % 棉纤维和 12wt. % 尼龙短纤维的混纺纱。具体而言,四(羟甲基磷)-脲缩合物和脲的水混合物处理所述纤维,然后干燥并固化该已加以处理的混合物,在织物上生成三价磷酸盐化合物。然后在过氧化物浴中处理织物,以将该三价磷化合物转化成其五价形式。

[0137] 然后用含 4wt. % 氨基脲 (semicarbazide)-HCl 的水溶液在约 40psi 的压区压力

(nip pressure) 下浸轧所生成的阻燃纺织品。浸轧后,在温度约 300° F 的对流炉中干燥该纺织品约 3 分钟。

[0138] 然后按照 AATCC 测试方法 112 -“来自织物的甲醛释放测定:密封罐法”,测量所生成的已处理纺织品的可释放甲醛含量。用氨基脲-HCl 处理的阻燃纺织品显示约 56ppm 的可释放甲醛含量,而未用氨基脲-HCl 处理的类似阻燃纺织品显示约 511ppm 的可释放甲醛含量。

[0139] 本文所引用的所有参考文件,包括公开出版物、专利申请和专利,均通过引用并入本文,其程度如同每篇参考文献被独立和明确地显示通过引用并以其整体在本文中陈述一样。

[0140] 除非在本文中另外指明或者在上下文中明显相悖,在描述本申请主题的上下文下术语“一/一个/一种”和“所述/该”以及类似指示词的使用(尤其是在所附权利要求的上下文中)被解释为涵盖单数和复数。除非另外标明,术语“包括”、“具有”、“包含”和“含有”被解释为开放式术语(即,表示“包括但不限于”)。除非在本文中另外表明,本文中数值范围的说明仅意图用作独立地涉及落入该范围内的每个单独的值的缩写方法,且每个单独的值均包含在本说明书中,就如同其在本文中被独立地述及一样。除非在本文中另外表明或者在上下文中明显相悖,本文所述的所有方法均可以任何合适的顺序实施。除非另外要求,本文所提供的任何和所有例子或示例性语言(例如,“诸如”)仅意图更好地举例说明本申请的主题,而不是对主题的范围施加限制。说明书中的任何语言均不应被解释为表明任何未被要求的元素对本文所述主题的实施来说是重要的。

[0141] 在本文中描述了本申请主题的优选实施方式,包括发明人所知的实施所要求保护的的主题的最佳方式。对于本领域技术人员来说,当阅读前述说明时那些优选实施方式的变体可变得显而易见。发明人期望本领域技术人员能恰当地采用这些变体,并且发明人意图使本文所描述的主题能以有别于本文所具体描述的方式实施。因此,本申请的公开内容包括专利法所允许的本文所附权利要求中所述主题的所有修改和等价形式。此外,除非在本文中另外表明或者在上下文中明显相悖,其所有变体中的上述元素的任何组合被涵盖在本申请公开内容中。