

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
B05D 3/02 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200380101611.5

[45] 授权公告日 2009 年 12 月 2 日

[11] 授权公告号 CN 100563848C

[22] 申请日 2003. 10. 14

[21] 申请号 200380101611.5

[30] 优先权

[32] 2002. 10. 16 [33] US [31] 10/271,808

[86] 国际申请 PCT/US2003/032548 2003. 10. 14

[87] 国际公布 WO2004/035908 英 2004. 4. 29

[85] 进入国家阶段日期 2005. 4. 18

[73] 专利权人 肖工业集团公司

地址 美国乔治亚州

[72] 发明人 丹尼斯·J·小琼斯

[56] 参考文献

US2002025442A1 2002. 2. 28

WO0202862A2 2002. 1. 10

US5851595A 1998. 12. 22

US520962A 1996. 3. 28

审查员 高蓓蓓

[74] 专利代理机构 北京三友知识产权代理有限公司

代理人 丁香兰

权利要求书 4 页 说明书 14 页

[54] 发明名称

增强纤维、地毯纱线和地毯的防护性的处理方法

[57] 摘要

本发明公开了一种增强纤维、地毯纱线和地毯的防护性的方法。还公开了用于增强纤维、地毯纱线和地毯的防护性的组合物。

- 1、 一种处理纤维的方法，该方法包括下列步骤：
 - (a) 提供纤维；和
 - (b) 通过将所述纤维浸入含有水性处理组合物的浴中，而将水性处理组合物施用到所述纤维上，其中该水性处理组合物包含：
 - (i) 含氟化合物；
 - (ii) 阳离子有机硅酸盐聚合物；
 - (iii) 酸，该酸用于为所述水性处理组合物提供低于3.5的pH值；
 - (c) 用蒸汽加热所述纤维；以及
 - (d) 从所述经处理的纤维上除去多余的水分。
- 2、 如权利要求1所述的方法，其中，所述含氟化合物选自调聚的含氟化合物和电化学方法氟化的含氟化合物。
- 3、 如权利要求1所述的方法，其中，基于所述水性处理组合物的总重，所述含氟化合物以 0.02 重量%~0.1 重量%的固体量存在于所述水性处理组合物中。
- 4、 如权利要求1所述的方法，其中，基于所述水性处理组合物的总重，所述含氟化合物以 0.006 重量%~1.0 重量%的固体量存在于所述水性处理组合物中。
- 5、 如权利要求1所述的方法，其中，所述加热在 160°F(71°C)~260°F(127°C)的温度下进行 15 秒钟~60 分钟。
- 6、 如权利要求1所述的方法，其中，所述纤维包括地毯纱线，并且在将所述地毯纱线经簇绒法织入地毯后，再施用所述水性处理组合物。
- 7、 如权利要求1所述的方法，其中，所述纤维包括地毯纱线，并且所述加热步骤期间，所述水性处理组合物与所述地毯纱线的重量比至少为 0.5 : 1。
- 8、 如权利要求7所述的方法，其中，在所述加热步骤期间，所述水性处理组合物与所述地毯纱线的重量比为 2 : 1 至 60 : 1。

9、如权利要求1所述的方法，其中，所述纤维包括地毯纱线，并且，将该地毯纱线放置在盛放有所述水性处理组合物的容器中，从而将该地毯纱线浸入所述水性处理组合物中。

10、如权利要求9所述的方法，其中，在加热步骤之前将所述地毯纱线从所述容器中取出，其中，在所述加热步骤期间，所述水性处理组合物与所述地毯纱线的重量比至少为0.5:1。

11、如权利要求10所述的方法，其中，在所述加热步骤期间，所述水性处理组合物与所述地毯纱线的重量比为2:1至10:1。

12、如权利要求9所述的方法，其中，在所述容器中加热所述地毯纱线和水性处理组合物。

13、如权利要求1所述的方法，其中，所述纤维包含聚酯、聚丙烯、聚酰胺或它们的组合。

14、如权利要求1所述的方法，其中，所述纤维包含聚酰胺，而且，基于所述水性处理组合物的总重，所述水性处理组合物还包含固体量为最高4.0重量%的结合阴离子聚合物的化合物。

15、如权利要求13所述的方法，其中，所述纤维包含聚酯纤维，并且所述水性处理组合物还包含用于该聚酯纤维的染料。

16、如权利要求1所述的方法，其中，所述pH值低于2.5。

17、如权利要求1所述的方法，其中，所述pH值低于2.0。

18、如权利要求1所述的方法，其中，所述pH值在1.5~1.8之间。

19、如权利要求1所述的方法，其中，所述有机硅酸盐聚合物由(i)具有第一通式 $R-Si(OR')_3$ 的硅烷和(ii)具有第二通式 $Si(OR')_4$ 的硅烷形成，其中R代表具有1~7个碳原子的具有取代基的或不具有取代基的烃基，而且所述取代基选自卤素、氨基、巯基和环氧基，R'表示具有1~4个碳原子的烷基。

20、如权利要求1所述的方法，其中，所述含氟化合物是阴离子型含氟聚合物。

21、如权利要求1所述的方法，其中，所述含氟化合物是非离子型含氟聚合物。

22、如权利要求 19 所述的方法，其中，所述有机硅酸盐聚合物中的 R 为带有卤素取代基的烃基。

23、如权利要求 14 所述的方法，其中，所述结合阴离子聚合物的化合物是甲基丙烯酸聚合物。

24、一种处理纤维的方法，该方法包括下列步骤：

(a)提供纤维，其中所述纤维为含有聚合物纤维的地毯纱线；

(b)将水性处理组合物施用到所述地毯纱线上，其中，所述水性处理组合物包含：

(i) 含氟化合物；

(ii) 阳离子有机硅酸盐聚合物；和

(iii) 酸，该酸用于为所述水性处理组合物提供低于2.0的pH值；

以及

(c) 用蒸汽加热所述纤维；以及

(d) 从经处理的所述地毯纱线上除去多余水分。

25、如权利要求 24 所述的方法，其中，所述 pH 值为 1.5~1.8。

26、如权利要求 24 所述的方法，其中，基于所述水性处理组合物的总重，所述含氟化合物以最高 2.0 重量%的固体量存在于该水性处理组合物中。

27、如权利要求 24 所述的方法，其中，基于所述水性处理组合物的总重，所述有机硅酸盐聚合物以最高 2.0 重量%的固体量存在于该水性处理组合物中。

28、如权利要求 27 所述的方法，其中，所述有机硅酸盐聚合物由(i)具有第一通式 $R-Si(OR')_3$ 的硅烷和(ii)具有第二通式 $Si(OR')_4$ 的硅烷形成，其中，R 代表具有 1~7 个碳原子的具有取代基的或不具有取代基的烃基，而且所述取代基选自卤素、氨基、巯基和环氧基，R'表示具有 1~4 个碳原子的烷基。

29、一种增大纤维上的氟上染率的方法，该方法包括：

(a) 将所述纤维浸入含有阳离子有机硅酸盐聚合物和含氟化合物的酸浴中；

(b) 用蒸汽处理所述纤维;

所述酸浴的 pH 值低于 3.5。

30、如权利要求 29 所述的方法, 其中, 所述有机硅酸盐聚合物由(i) 具有第一通式 $R-Si(OR')_3$ 的硅烷和(ii)具有第二通式 $Si(OR')_4$ 的硅烷形成, 其中, R 代表具有 1~7 个碳原子的具有取代基的或不具有取代基的烃基, 而且所述取代基选自卤素、氨基、巯基和环氧基, R'表示具有 1~4 个碳原子的烷基。

31、如权利要求 29 所述的方法, 其中, 所述纤维包含聚酰胺、聚酯、聚丙烯或它们的组合。

增强纤维、地毯纱线和地毯的防护性的处理方法

本申请是由美国的肖工业集团公司(Shaw Industries Group, Inc.)在2003年10月14日提交的PCT国际专利申请,该申请人为本申请在除美国以外的所有指定国的申请人。

技术领域

本发明涉及用于处理纤维尤其是处理地毯纱线及地毯的方法和组合物。

背景技术

本发明涉及纤维处理和地毯制造领域,尤其涉及增强纤维、地毯和地毯纱线的防护性的处理方法,并适宜地涉及用于增强纤维、地毯和地毯纱线的防染污性的处理方法。

近二十年来,对于增强地毯纤维、尤其是尼龙地毯纤维的防护性和防染污性的处理方法的研发已经受到相当多的关注。本领域需要继续进一步开发使纤维、地毯纱线和地毯具有防污性和/或防染污性的方法。

发明内容

本发明通过发现处理纤维、尤其是地毯纱线以增强所述纤维和地毯纱线的防护性的方法而解决了上述困难和问题。该方法向纤维或地毯纱线上及其内部提供了所需的含氟化合物上染量。本发明的一个示例性实施方案中,使地毯纱线单独或以簇绒地毯的形式与一种pH值低于约3.5且含有防护性化合物的水性处理组合物接触,所述防护性化合物包含阴离子性或非离子性含氟化合物以及有机硅酸盐聚合物。优选对经涂覆的地毯纱线进行加热以从该地毯中除去多余水分。

本发明的另一示例性实施方案中,所述水性处理组合物含有一种结

合阴离子聚合物的化合物，如甲基丙烯酸聚合物。结合阴离子聚合物的化合物为经整理的地毯纱线提供了额外的防染污性。

本发明还涉及一种水性处理组合物，该组合物用于处理纤维、地毯纱线和地毯以增强所述的纤维、地毯纱线和地毯的防护性和防染污性。该水性处理组合物可包含含氟化合物、有机硅酸盐聚合物和结合阴离子聚合物的化合物。

本发明还涉及一种增大含氟化合物在纤维或地毯纱线中的上染量的方法。该方法包括将有机硅酸盐聚合物掺入到用于处理纤维、地毯纱线和地毯的水性处理组合物中，其中，该水性处理组合物含有含氟化合物。

在审阅了下文对所公开的实施方案的详细描述和所附的权利要求之后，本发明的上述和其他特点以及优点将是显而易见的。

具体实施方式

为增进对本发明原理的进一步理解，以下提供了对本发明具体实施方案的说明，并使用具体措辞来描述这些具体实施方案。尽管如此，应当理解的是，具体措辞的使用并不构成对本发明范围的限制。对本发明所属的本领域普通技术人员来说，基于本发明的原理的变换、进一步的修改以及更多的用途是可想而知的。

根据本发明，可处理各种类型的纤维和地毯纱线。理想的是，将本发明的方法用于处理地毯，即用簇绒法织入基材的地毯纱线。也可以是，在用簇绒法将纤维织入基材之前，根据本发明的方法来处理该地毯纱线或纤维。

在本发明的说明书全文中，使用了很多术语来描述本发明的多个方面。这里使用的术语“防护性”用于表达比较宽泛的含义，它是指使地毯纤维上粘附污渍、油渍和/或水的可能性降低的性能。这里使用的术语“防染污性”也用于表达比较宽泛的含义，它是指使地毯纤维被酸性染料和/或分散染料染污的可能性降低的性能。

I. 纤维、地毯纱线和地毯

本发明可通过使用各种纤维和由纤维形成的地毯纱线来实施。通常，

地毯纱线包含挤出的合成聚合物，如尼龙、聚酯、聚丙烯或其混合物。作为选择，地毯纱线也可以由天然纤维如羊毛或棉制得，或者由天然纤维和合成纤维混纺制得。优选该地毯纱线包含尼龙 6、尼龙 6,6、聚酯、聚丙烯或其混合物等各种挤出纤维。

挤出的纤维可通过各种常规方法制成纱线。优选该纱线为松散的连续长丝纱，该长丝纱通过常规方法如休珀巴(Superba)法或绪森(Suessen)法热定型。作为选择，该纱线也可以为短纤纱。优选该纱线是未由纱线制造商使用含氟化合物进行过预处理的纱线。

本发明的一个实施方案中，通过常规方法用簇绒法将地毯纱线织入地毯结构中，然后使用本发明的方法对其进行处理。本发明的实践中，线迹花样和簇绒地毯的密度并不是关键因素。而且有时如果需要对地毯进行染色处理，如施用酸性染料，那么最好在使用本发明的方法处理地毯之前，完成地毯的染色处理。

II. 用于地毯纱线和地毯的处理组合物

本发明的水性处理组合物含有一种或多种下列成分。

A. 含氟化合物

本发明的水性处理组合物含有至少一种含氟化合物。该含氟化合物可以是阴离子性或非离子性的含氟化合物。另外，该含氟化合物可以是调聚物类含氟化合物或是电化学方法氟化的含氟化合物。一些市售的含氟化合物可适用于本发明。适用的含氟化合物包括但不限于 Daikin America, Inc. (Orangeburg, NY)出售的 DAIKIN TG 571、TG 472、TG 3360 和 TG 3311；3M Specialty Chemicals Division (St. Paul, MN)出售的 FX-1367F、FX-1355、PM 1396 和 PM 1451；DuPont Flooring Systems (Wilmington, DE)出售的 NRD-372 和 N 140；Advanced Polymers, Inc. (Salem, NH)出售的 TG-232D；以及 Clariant Corporation (Charlotte, NC)出售的 Nuva CPA。本发明的水性处理组合物优选含有至少一种含氟化合物，其中，该含氟化合物为 DAIKIN TG 3311。

设定本发明水性处理组合物中的含氟化合物的量，以便得到地毯纱线上所需的含量水平。基于水性处理组合物的总重，含氟化合物优选以

最高约 3.0 重量%(pbw)的固体量存在于水性处理组合物中。更优选的是,基于水性处理组合物的总重,含氟化合物以约 0.01 重量%~约 2.0 重量%的固体量存在。再优选的是,基于水性处理组合物的总重,含氟化合物以约 0.02 重量%~约 0.10 重量%的固体量存在。

适用于本发明的含氟化合物通常是指掺入到这里所述的施用液时可产生稳定溶液或分散液的任何含氟化合物。最优选用于本发明的含氟化合物为阴离子含氟化合物,因为这类化合物在 pH 值为酸性并含有下述的其他化学物质的溶液中更为稳定。非离子含氟化合物也可用于本发明中,另外,阳离子含氟化合物也可用于本发明中。

B. 有机硅酸盐化合物

本发明的水性处理组合物还含有至少一种有机硅酸盐化合物。适用于本发明的有机硅酸盐化合物包括但不限于美国专利第 4,351,736 号和第 4,781,844 号公开的有机硅酸盐化合物,这两项专利都受让给了 Bayer Aktiengesellschaft (Leverkusen, Germany), 这里以参照的形式引入两者的全文。美国专利 4,351,736(下文称"736 专利")和 4,781,844(下文称"844 专利")公开道, 该有机硅酸盐由一种或多种选自下述物质的硅烷组成: (i) 具有通式 $R-Si(OR')_3$ 的硅烷和(ii)具有通式 $Si(OR')_4$ 的硅烷, 其中 R 代表具有 1~7 个碳原子的具有取代基或不具有取代基的烃基, 所述取代基选自卤素、氨基、巯基和环氧基, R'表示具有 1~4 个碳原子的烷基。

有机硅酸盐化合物是通过将所述硅烷与水、缓冲物质、表面活性剂以及必要时的有机溶剂混合并在酸性或碱性条件下搅拌该混合物而形成。基于用于形成聚合物的硅烷的总重, 制得的聚合物优选由约2重量%~约50重量%、更优选约3重量%~约20重量%的具有通式 $Si(OR')_4$ 的硅烷形成。优选用于形成有机硅酸盐化合物的硅烷包括但不限于甲基三甲氧基硅烷、甲基三乙氧基硅烷、甲基三异丙氧基硅烷、乙基三甲氧基硅烷、乙基三乙氧基硅烷、丙基三甲氧基硅烷、异丁基三甲氧基硅烷、异丁基三乙氧基硅烷、2-乙基丁基三乙氧基硅烷、四乙氧基硅烷、2-乙基丁氧基三乙氧基硅烷及其混合物。所述表面活性剂优选包含含有卤素的阳离子化合物, 更优选包含含氯或溴的化合物。

一些市售的有机硅酸盐化合物可适用于本发明。适用的有机硅酸盐物质包括但不限于 Bayer Specialty Chemicals(Wellford, SC)出售的 BAYGARD® AS 和 BAYGARD® SNF。优选本发明的水性处理组合物含有至少一种有机硅酸盐化合物, 所述有机硅酸盐化合物为 BAYGARD® SNF。

设定本发明水性处理组合物中的有机硅酸盐化合物的量, 以便在地毯纱线上得到所需的含量水平。基于水性处理组合物的总重, 有机硅酸盐化合物优选以最高约 3.0 重量%的固体量存在于水性处理组合物中。基于水性处理组合物的总重, 有机硅酸盐化合物更优选以约 0.001 重量%~约 2.0 重量%的固体量存在。基于水性处理组合物的总重, 再优选有机硅酸盐化合物以约 0.006 重量%~约 1.0 重量%的固体量存在。

C. pH 值调节剂

本发明的水性处理组合物的一个重要特性是 pH 值。优选该水性处理组合物的 pH 值低于约 3.5。低于约 3.5 的 pH 值比施用于地毯的常规含氟组合物的 pH 值要低。据信, 较低的 pH 值有助于将所述含氟化合物从溶液中逐出到地毯纱线纤维上或地毯纱线纤维内。更优选该水性处理组合物的 pH 值高于约 1.0 并低于约 2.5, 更优选低于约 2.0, 再优选为约 1.5~约 1.8。

可通过将适当量的酸添加到水性处理组合物中而获得所需的 pH 值。适用于本发明的酸包括但不限于硫酸脲和氨基磺酸。

D. 结合阴离子聚合物的化合物

所述水性处理组合物可包含结合阴离子聚合物的化合物。结合阴离子聚合物的化合物还可用作防染污性化合物, 尽管该功能并不是必要的。例如, 当地毯纱线由聚丙烯制成时, 没有可供所述结合阴离子聚合物的化合物阻断的酸性染料位点。然而, 已经发现使用所述结合阴离子聚合物的化合物可改善聚丙烯地毯纱线及其它纱线上含氟化合物的性能。尽管不希望被任何具体理论约束, 但据信所述结合阴离子聚合物的化合物起到了将含氟化合物保持在纤维表面上的功效。

一些结合阴离子聚合物的化合物还在尼龙地毯纱线上起到防染污性

化合物的作用，而且在本发明中有很好的效果。典型的结合阴离子聚合物的化合物是甲基丙烯酸聚合物或共聚物。优选的是，这些聚合物或共聚物具有如下所述的分子量：其中分子量较低的 90 重量%具有约 2500~250,000 的重均分子量和 500~20,000 的数均分子量。特别优选的一种结合阴离子聚合物的化合物是由 Rohm & Haas 生产的名为 LEUKOTAN® 1028 的聚甲基丙烯酸。对于 LEUKOTAN® 1028，据报道，其中分子量较低的 90 重量%的分子量以重均分子量计是 9,640，以数均分子量计是 5,592。

特别优选的另一结合阴离子聚合物的化合物是名为 XP-4-49 的甲基丙烯酸聚合物，该化合物由下述过程制备。向配备有回流冷凝器、加热器、搅拌器、温度计和惰性气体覆盖层的反应器中，加入 54 磅的甲基丙烯酸、452 磅的水以及 1.0 磅的 NaOH。上述混合物被称为水相 A。通过将 214 磅甲基丙烯酸、303 磅的水、0.16 磅的马来酸二烯丙酯和 2.2 磅的 NaOH 混合而制得单体进料 B。还制备了两种催化剂进料 C 和 D。进料 C 由 2.2 磅的过硫酸钾和 197 磅的水组成。进料 D 由 2.2 磅的焦亚硫酸钠和 197 磅的水组成。

在氮气覆盖层下将混合物 A 加热到约 85°C~约 90°C，加热 30 分钟。加入 1.3 磅的过硫酸钾和 1.3 磅的焦亚硫酸钠以引发反应，产生约 3°C~约 5°C 的升温。然后以一小时的时间将进料 B、C 和 D 加入到反应器中，并将反应器的温度保持在约 90°C~约 95°C 下。在加料期结束时，将该批料保持在约 90°C~约 95°C 达一小时。这一小时期间，每隔 15 分钟添加 0.35 磅的过硫酸钾、0.35 磅的焦亚硫酸钠和 2.2 磅的 NaOH，总共添加三次。

所得的名为 XP-4-49 的产品为略显混浊的粘性液体，其具有 20.4% 的固体，pH 值为 3.7，粘度为 4800 cps(厘泊)，该粘度是通过布氏粘度计 (Brookfield Viscometer) 使用 2 号转子在室温下测得的。

优选将 XP-4-49 与较少量的苯酚类防染污性化合物混合，所述防染污性化合物由 Sybron Chemicals, Inc.(Birmingham, NJ)(现为 Bayer Chemicals (Baytown, TX)的一个部门)出售，商品名为 "Tanatex Stainfree"。

以固体计, XP-4-49 与 Tanatex 的比率优选约为 18 : 1。一个示例性的实施方案中, 将 73.1 份的 XP-4-49(包括制备该产品时产物中的水), 添加到 24.5 份的水和 2.4 份的 Sybron Stainfree 中。制得的混合物是最终粘度约为 68 cps 的清澈、粘稠、琥珀色的液体。该特定混合物被称为 XP-4-50, 并且是适用于本发明方法的优选的结合阴离子聚合物的/防染污性的化合物。

其它结合阴离子聚合物的/防染污性的化合物也已表现出很好的效果。由 3M Specialty Chemicals Division(St. Paul, MN)制备的下列组合物就具有很好的效果: FX-369、FX-668F、FX-661 和 FX-657。FX-369 的主要成分被认为是酚醛树脂。据信, 以上其它 3M 的防染污性组合物均包含甲基丙烯酸酯的聚合物或共聚物, 并且均已在美国专利 4,937,123 和 4,822,373 中的至少一篇文献内公开, 上述两项专利都受让给了 3M Company(St. Paul, MN)。

另一适用于本发明的结合阴离子聚合物的/防染污性的化合物是由 DuPont Flooring Systems(Wilmington, DE)以商品名"SR 500"出售的产品。SR 500 是以苯乙烯-马来酸酐共聚物作为主要成分的专利组合物。

除上述 LEUKOTAN[®] 1028 外, 其它来自 Rohm & Haas 的 LEUKOTAN[®]化合物也可用于本发明, 特别是 LEUKOTAN[®] 1027、970 和 1084。除 LEUKOTAN[®] 1084 外, LEUKOTAN[®]组合物均为分子量不同的甲基丙烯酸酯聚合物和共聚物。尽管这些化合物通常被售往制革业, 但美国专利 4,937,123 (受让给 3M Company, St. Paul, MN)指出, 当将这类化合物施用到尼龙地毯纤维上时它们具有防染污性。据信 LEUKOTAN[®] 1084 是丙烯酸酯聚合物。还已证实, 来自 Peach State Labs (Rome, GA)的名为 RM 的防染污性物质也适用于所述的发明。RM 产品被认为是改性的酚醛材料。

基于水性处理组合物的总重, 结合阴离子聚合物的化合物优选以最高约 2.0 重量%的固体量存在于水性处理组合物中。更优选的是, 基于水性处理组合物的总重, 结合阴离子聚合物的化合物以约 0.005 重量%~约 0.6 重量%的固体量存在。更为优选的是, 基于水性处理组合物的总重, 结合阴离子聚合物的化合物以约 0.03 重量%~约 0.3 重量%的固体量存

在。

E. 其它选择性的成分

所述水性处理组合物还可包含下列选择性的成分。

1. 着色剂

有时，水性处理组合物还可包含一种或多种包括染料和颜料在内的着色剂。例如，当地毯纱线或地毯包括尼龙或聚酯纤维时，可将染料添加到水性处理组合物中。

III. 制备处理组合物的方法

可使用下列示例性的方法来制备水性处理组合物。通常，制造商以浓缩的水性分散液的形式来提供含氟化合物、有机硅酸盐聚合物和防染污性化合物。可将所述浓缩液简单添加到混合容器内的水中，并在室温下搅拌。由于一些含氟化合物和/或防染污性组合物为乳液形式，这些乳液对高剪切力敏感，所以理想的是，在低剪切力下进行搅拌。测量 pH 值，并添加适当量的酸，使得 pH 值达到所需的水平。

本发明的一个示例性实施方案中，通过首先将所需量的水添加到容器中以制备水性处理组合物。接着，当需要存在结合阴离子的化合物时，添加该结合阴离子的化合物，随后添加有机硅酸盐化合物，然后添加含氟化合物，最后添加酸来调整该组合物的 pH 值。水性处理组合物可在贮料槽中制成一批以分批运送到施用装置中，也可以不使用贮料槽，而是通过使用泵、流量计以及静态或动态混合装置以连续混合的形式制备，以便直接施用。

IV. 处理地毯纱线和地毯的方法

本发明还涉及将地毯纱线和/或地毯与上述水性处理组合物接触以处理地毯纱线和地毯的方法。本发明的一个优选实施方案中，将地毯纱线浸入水性处理组合物中。优选该方法通过将地毯浸入水性处理组合物浸渍液中而实现。更优选的是，在例如工业上称为“弯曲夹式涂布器(flex nip applicator)”的设备中，牵拉地毯使其穿过水性处理组合物的浆料池(puddle)以浸渍所述地毯。作为选择，也可以将地毯放置在盛放水性处理组合物的容器如染缸内。更进一步地，将水性处理组合物喷涂到地毯上

或泻落到地毯上，从而浸渍地毯。

施用到地毯或地毯纱线上的水性处理组合物的量优选使地毯(或地毯纱线)与水性处理组合物的比至少为约 0.5~1。施用到地毯上的液体的量通常表示为“吸液率(wet pick-up)”。使用该表示方式时，优选的吸液率至少为约 50%(即 100 克的地毯或地毯纱线吸收至少约 50 克的水性处理组合物)。更优选该吸液率为约 50%~约 6000%(即比值为约 0.5 : 1 至约 60 : 1)。更为优选的是，该吸液率为约 200%~约 500%(即比值为约 2 : 1 至约 5 : 1)。可采用常规手段如使用挤压辊等来控制吸液率。

已经发现，加热与地毯纱线接触的水性处理组合物可增强本发明方法的效果。如下面的实施例所示，加热步骤极大地缩短了使含氟化合物充分地上染到地毯纤维上所需的时间。因此，尽管并非必要步骤，但加热步骤确实极大地改善了该方法的效率。尽管不希望被任何具体理论束缚，但据信，该加热处理有助于将含氟化合物的分子固化或固定到地毯纱线纤维上。

本发明的一个实施方案中，该加热步骤是在约 160°F(71°C)~约 260°F(127°C)的温度下进行，加热时间为约 15 秒~约 60 分钟，优选的是，在约 180°F(82°C)~约 220°F(104°C)的温度下加热约 30 秒~约 8 分钟。更优选的是，该加热步骤是将由水性处理组合物处理过的地毯在常压下汽蒸，即在 212°F(100°C)下加热最长约 90 秒。

加热步骤之后，优选清洗地毯以除去过量的化学物质。该清洗步骤可通过任何常规方法进行。清洗后，优选使用常规方法如真空脱水机，除去过量的水。通常，脱水后的地毯的含水量为地毯总重的约 20%~约 30%。从地毯上除去过量的水后，一般在穿流式烘箱中干燥地毯。优选使地毯在不高于 250°F(°C)的干燥温度下以约 2 分钟~约 3 分钟的干燥期进行干燥。

本发明的一个实施方案中，在染色工序中将所述水性处理组合物施用到地毯纱线或地毯上。该实施方案中，所述水性处理组合物还含有染料，如一种或多种酸性染料。

不管纤维是包含聚酰胺、聚酯、聚丙烯还是包含其混合物，优选本

发明处理纤维、地毯纱线和地毯的方法产生的纤维、地毯纱线和地毯的含氟量高于理论含氟量的约 70%，该理论含氟量是对于上染率为 100% 的特定施用而言的理论含氟量。换句话说，对于包含聚酰胺、聚酯、聚丙烯或其混合物的纤维而言，基于理论上 100% 的氟(FI)上染率，本发明处理纤维、地毯纱线和地毯的方法具有高于约 70% 的氟上染效率。例如，对于上染率为 100% 的特定施用而言，如果给定的纤维或地毯纱线的理论含氟量为 400ppm 氟，则本发明的方法优选产生含氟量至少为约 280ppm 氟的纤维或地毯纱线。本发明处理纤维、地毯纱线和地毯的方法产生的纤维、地毯纱线和地毯的含氟量更优选高于理论含氟量的约 80% (即氟上染效率高于约 80%)，再优选高于理论含氟量的 90% (即氟上染效率高于约 90%)，该理论含氟量是对于上染率为 100% 的特定施用而言的理论含氟量。

本发明的一个优选实施方案中，不管纤维是包含聚酰胺、聚酯、聚丙烯还是包含其混合物，当仅限于对处理过的纤维、地毯纱线和地毯进行汽蒸时，基于理论上 100% 的氟上染率，本发明处理纤维、地毯纱线和地毯的方法具有高于约 70% 的氟上染效率。当仅限于对处理过的纤维、地毯纱线和/或地毯进行优选少于 90 秒、更优选少于 60 秒、再优选少于 45 秒的汽蒸时，本发明处理纤维、地毯纱线和地毯的方法具有优选高于约 70%、更优选高于约 80%、再优选高于约 90% 的氟上染效率。

V. 经处理的纤维、地毯纱线和地毯

本发明还涉及经处理的纤维、地毯纱线和地毯，在所述经处理的纤维、地毯纱线或地毯上，具有所需量的含氟化合物和有机硅酸盐化合物。基于干燥的纤维或地毯纱线的总重，所述经处理的纤维或地毯纱线优选包含最高约 2.0 重量% 的含氟化合物。更优选的是，基于干燥的纤维或地毯纱线的总重，经处理的纤维或地毯纱线包含约 0.1 重量%~约 2.0 重量% 的含氟化合物。再优选的是，基于干燥的纤维或地毯纱线的总重，经处理的纤维或地毯纱线包含约 0.2 重量%~约 0.8 重量% 的含氟化合物。

另外，基于干燥的纤维或地毯纱线的总重，所述经处理的纤维或地毯纱线优选包含最高约 2.0 重量% 的有机硅酸盐化合物。更优选的是，基

于干燥的纤维或地毯纱线的总重，经处理的纤维或地毯纱线包含约 0.05 重量%~约 0.75 重量%的有机硅酸盐化合物。再优选的是，基于干燥的纤维或地毯纱线的总重，经处理的纤维或地毯纱线包含约 0.1 重量%~约 0.3 重量%的有机硅酸盐化合物。

所述经处理的纤维或地毯纱线可选择性地含有结合阴离子聚合物的化合物(和/或防染污性化合物)。本发明的一个示例性实施方案中，当经处理的纤维或地毯纱线含有结合阴离子聚合物的化合物(和/或防染污性化合物)时，基于干燥的纤维或地毯纱线的总重，所述化合物的量最高约 2.0 重量%。更优选的是，当经处理的纤维或地毯纱线中存在结合阴离子聚合物的化合物(和/或防染污性化合物)时，基于干燥的纤维或地毯纱线的总重，经处理的纤维或地毯纱线含有约 0.2 重量%~约 3.0 重量%的结合阴离子聚合物的化合物(和/或防染污性化合物)。再优选的是，当经处理的纤维或地毯纱线中存在结合阴离子聚合物的化合物(和/或防染污性化合物)时，基于干燥的纤维或地毯纱线的总重，经处理的纤维或地毯纱线含有约 0.4 重量%~约 1.0 重量%的结合阴离子聚合物的化合物(和/或防染污性化合物)。

通过下列实施例进一步对本发明进行阐述，所述实施例决不能被视为构成对本发明范围的限制。相反，显然可以理解的是，本领域技术人员在阅读完说明书后，可以在不背离本发明精神和/或在不超出附加的权利要求的范围内得到有关本发明的各种其它实施方案、变型和等价物的启示。

实施例

下述实施例中使用了下列物料。

地毯构成

用于下述实施例的地毯片由如下标注的各种面纱制成：

实施例中所称的 S916 坯布，是由聚酯短纤维(Nanya Plastics Corporation, Lake City, SC)制成的地毯试样，该短纤维是由绪森定型法处理过的短纤维。

实施例中所称的 H689 坯布, 是由 1560 旦尼尔的聚酯长丝(Shaw Industries, Dalton, GA)制成的地毯试样, 该聚酯长丝是由休珀巴定型法处理过的长丝。

实施例中所称的 R&D 48-9435, 是由聚(对苯二甲酸丙二酯)(PTT)长丝(Shaw Industries, Dalton, GA)制成的地毯试样。

实施例中所称的 3883 坯布, 是由聚丙烯割绒纤维制成的地毯试样。

实施例中所称的 X797 坯布, 是由 6 型尼龙长丝(type 6 nylon filament)起圈绒头纤维(Shaw Industries, Dalton, GA)制成的地毯试样, 该长丝是由休珀巴定型法处理过的长丝。

实施例中使用的方法

除下面所指出的变化外, 各实施例都是根据下述方法进行:

通过浸渍液来施用含氟化合物和有机硅酸盐化合物

下列实施例中, 含氟化合物和阳离子性有机硅酸盐聚合物的施用是通过将经脱水的试样片浸到含有上述含氟化合物和有机硅酸盐聚合物的水性处理组合物中而进行。基于待处理的制品或织物的总重, 各实施例所用的平底浸润器中的液体是由 0.2 重量%~0.8 重量%的阴离子含氟化合物和 0.2 重量%~0.3 重量%的有机硅酸盐聚合物以及使 pH 值调整到所需范围的酸制成。将经脱水的织物在上述液体中浸湿, 吸液率为 350%~400%, 然后汽蒸。

汽蒸

将浸湿的试样片放置在水平式蒸气发生器中, 汽蒸 60 秒, 从而使含氟化合物和有机硅酸盐化合物固定到地毯纤维上。使织物以簇绒立起的状态汽蒸 30 秒, 并以簇绒倒下的状态汽蒸 30 秒, 以便达到使液体流动的目的。

清洗/脱水

然后将汽蒸后的试样片从蒸气发生器上取下, 在 3 加仑的普通自来水中浸渍 10~15 秒以模拟洗涤步骤。然后在高速 BOCK 离心机中将试样片脱水 4 分钟, 使水分降到 20%~30%的 WPU(wet pick-up: 吸液率)范围。

干燥

接着将脱水后的试样片或局部施用了含氟化合物的试样片放置在以 225°F (107°C) 运行的电加热的强制通风烘箱内，同时使绒毛立起，放置 5 分钟。从烘箱中取出试样片时，该试样片的水分含量为 1~2%。

测试方法

使用一种或多种下述测试方法检测各实施例的产品。

PPM 氟

用于测量施用到地毯试样上的含氟化合物含量的测试是“尼龙含氟量--燃烧瓶氧化/特定离子计”测试，该测试方法由 E. I. DuPont De Nemours & Company, Inc. 的纺织纤维部公布于 1983 年 10 月，其编号为 TM-0371-66, N-M 27414.00。简而言之，该测试的实施方法是：在氧气燃烧瓶中燃烧试样，将氟化物吸收到氢氧化钠溶液中，并调整该溶液的 pH 值和离子强度，由电势测定法测定氟离子的浓度(活度)。结果记作百万分之几(ppm)氟。

实施例 1

单独施用含氟化合物和与有机硅酸盐聚合物一起施用含氟化合物

制备下列地毯试样基材：

- 1—S916 坯布-Nanya 聚酯短纤维绪森定型
- 2—H689 坯布-Shaw 1560's 聚酯长丝休珀巴定型
- 3—R&D 48-9435-Shaw PTT 长丝
- 4—3883 坯布-聚丙烯割绒纤维
- 5—X797 坯布-Shaw T6 休珀巴尼龙起圈绒毛纤维

使用 pH 值为 4 的非离子性表面活性剂溶液以 400% 的吸液率 (wpu) 清洗每个试样，汽蒸 180 秒，使用淡水清洗，然后使用高速离心机脱水到 20%wpu。然后使用下述的水性处理组合物处理经清洗、脱水的坯布试样，再汽蒸 60 秒，使用淡水清洗，使用高速离心机脱水，并在穿流式烘箱中在 225°F (107°C) 干燥 5 分钟。

处理浸渍液 1：对照用，无有机硅酸盐聚合物：

水：400% wpu，基于坯布重量

含氟化合物: DAIKIN TG 3311, 12.5%的活性氟, 0.30% owf (owf 表示基于纤维重量)

pH 值调节剂: A-80 N acid(硫酸脲, Peach State Labs, Rome, GA), 2.5% owf

最终 pH 值: 1.7~1.75

处理浸渍液 2: BAYGARD® SNF 聚合物测试:

水: 400% wpu, 基于坯布重量

含氟化合物: DAIKIN TG 3311, 12.5%的活性氟, 0.30% owf

BAYGARD® SNF: 阳离子性有机硅酸盐聚合物, 0.25% owf

pH 值调节剂: A-80 N acid(硫酸脲, Peach State Labs, Rome, GA), 2.5% owf

最终 pH 值: 1.7~1.75

使用上述处理浸渍液 1 配制物和处理浸渍液 2 配制物处理试样 1~4。使用添加了 1.0% owf 的 3M FX 657 防染污性化合物的(i)上述处理浸渍液 1 配制物以及(ii)上述处理浸渍液 2 配制物来处理试样 5。

然后测试各试样的含氟量以测定上染率。测试结果如下表 1 所示。

表 1. ppm 氟

试样	处理浸渍液 1 ppm 氟	处理浸渍液 2 ppm 氟
1	262	332
2	194	278
3	211	358
4	271	345
5	323	387

对于所述施用, 上染率为 100%时的理论 ppm 氟为 380 ppm。如以上表 1 所示, 水性处理组合物中含有有机硅酸盐化合物时, 极大地提高了氟对地毯试样的上染率。

尽管说明书就其具体实施方案而言已经得到了详细的描述, 但对本领域技术人员来说, 应当意识到, 一旦理解前述内容, 就能容易地想到这些实施方案的变更物、变型和等同物。因此, 本发明的范围应由附加的权利要求及其等同物来估定。