

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4515912号
(P4515912)

(45) 発行日 平成22年8月4日(2010.8.4)

(24) 登録日 平成22年5月21日(2010.5.21)

(51) Int.Cl.	F 1
D 0 6 M 13/513	(2006.01) D O 6 M 13/513
A 4 7 G 27/02	(2006.01) A 4 7 G 27/02 Z
D 0 6 M 15/256	(2006.01) D O 6 M 15/256
D 0 6 M 101/20	(2006.01) D O 6 M 101:20
D 0 6 M 101/32	(2006.01) D O 6 M 101:32

請求項の数 10 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2004-545266 (P2004-545266)
(86) (22) 出願日	平成15年10月14日 (2003.10.14)
(65) 公表番号	特表2006-503196 (P2006-503196A)
(43) 公表日	平成18年1月26日 (2006.1.26)
(86) 國際出願番号	PCT/US2003/032548
(87) 國際公開番号	W02004/035908
(87) 國際公開日	平成16年4月29日 (2004.4.29)
審査請求日	平成18年10月4日 (2006.10.4)
(31) 優先権主張番号	10/271,808
(32) 優先日	平成14年10月16日 (2002.10.16)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	504282326 ショーアインダストリーズグループ、イ ンク。 アメリカ合衆国、30720ジョージア 州、ダルトン、イーストウォルナット アヴェニュー 616
(74) 代理人	100099759 弁理士青木篤
(74) 代理人	100077517 弁理士石田敬
(74) 代理人	100087413 弁理士古賀哲次
(74) 代理人	100111903 弁理士永坂友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】撥水性を増す、纖維、カーペット糸およびカーペットの処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

次の各ステップ；

(a) 繊維を準備するステップ；
(b) 水性処理組成物を含む浴に前記繊維を浸漬させて、前記水性処理組成物を前記繊維に適用するステップ；

ここで、前記水性処理組成物は、下記を含む；

- (i) フルオロケミカル化合物；
 - (ii) カチオン性オルガノシリケート化合物；および
 - (iii) 前記水性処理組成物のpHを、3.5未満とするための酸；
- (c) 前記繊維を蒸気加熱するステップ；そして
(d) 前記処理済繊維から過剰の水を除くステップ；

ここで、当該方法のフッ素消費効率が、70%より大きい：
を含む前記繊維の処理方法。

【請求項2】

前記加熱が、160°F(71°C)～260°F(127°C)の温度で、15秒～60分間である、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記繊維がカーペット糸を含み、そして前記加熱ステップの際の前記水性処理組成物：前記カーペット糸の重量比が、少なくとも0.5:1である、請求項1に記載の方法。 20

【請求項 4】

前記纖維がポリアミドを含み、そして前記水性処理組成物が、前記水性処理組成物の総重量に基づき最大4.0 固形分重量%の量で、アニオン性ポリマー結合化合物をさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記 pH が 1.5 ~ 1.8 である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記オルガノシリケート化合物が、下記；

- (i) 第一式 $R-Si(OR')_3$ を有するシラン；および
- (ii) 第二式 $Si(OR')_4$ を有するシラン；

10

(式中、R は、置換または未置換の、1 ~ 7 個の炭素原子を有する炭化水素基を表し、そして置換基はハロゲン、アミノ基、メルカプト基、およびエポキシ基から選択され、そして R' は、1 ~ 4 個の炭素原子を有するアルキル基を表す。)

から形成される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

次の各ステップ；

- (a) 繊維を準備するステップ；

ここで、前記纖維は、ポリマー系纖維を含むカーペット糸である；

(b) 水性処理組成物を含む浴に前記カーペット糸を浸漬させて、前記水性処理組成物を前記カーペット糸に適用するステップ；

20

ここで、前記水性処理組成物は、下記を含む；

- (i) フルオロケミカル化合物；
- (ii) カチオン性オルガノシリケート化合物；および
- (iii) 2.0 未満の pH の前記水性処理組成物を供給する酸；
- (c) 前記処理済カーペット糸を蒸気加熱するステップ；そして
- (d) 前記処理済カーペット糸から過剰の水を除くステップ；

ここで、当該方法のフッ素消費効率が 70 % より大きい；
を含む、前記纖維の処理方法。

【請求項 8】

次の各ステップ；

30

(a) カチオン性オルガノシリケート化合物及びフルオロケミカル化合物を含む酸性浴中に纖維を浸漬させるステップ；そして

- (b) 前記処理済纖維を蒸気加熱するステップ；

ここで、当該方法のフッ素消費効率が 70 % より大きく、そして pH が 3.5 未満である；

を含む纖維上へのフッ素消費を増やす方法。

【請求項 9】

前記フッ素消費効率が 90 % より大きい、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記纖維が、ポリアミド、ポリエステル、ポリプロピレン、またはそれらの組み合わせを含み、そして前記フルオロケミカル化合物がアニオン性フルオロポリマーである、請求項 8 に記載の方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、纖維、そして特にカーペット糸およびカーペットを処理するための、方法および組成物に向けられている。

【背景技術】

【0002】

本発明は、纖維処理分野およびカーペット製造分野に関し、撥水性を増し、そして望ま

50

しくは、繊維、カーペットおよびカーペット糸の耐汚染性を増す、繊維、カーペットおよびカーペット糸を処理する方法に、特に関する。

【0003】

ここ20年間において、カーペット繊維、特にナイロンカーペット繊維に対する、撥水性および耐汚染性を増す、処理の進歩に、かなり関心がもたれている。当該技術分野では、繊維、カーペット糸およびカーペットに防汚性および/または耐汚染性を付与するさらなる改良法が引き続き必要とされる。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明は、繊維およびカーペット糸の撥水性を増す、繊維（特にカーペット糸）処理方法を見出すことによって、上記で討論された困難性および問題のうち一部を扱う。本方法は、繊維またはカーペット糸の上および中に、所望量のフルオロケミカルの消費を与える。本発明の例示的な一態様において、pH約3.5未満でかつアニオン性またはノニオン性フルオロケミカルおよびオルガノシリケートポリマーを含む撥水性化合物を含む水性処理組成物と、カーペット糸単体またはタフテッドカーペットの形態のカーペット糸を接触させる。好ましくは、この被覆されたカーペット糸を加熱し、カーペットから過剰の水を除く。

【0005】

本発明の他の例示的な態様では、この水性処理組成物はメタクリル酸のポリマーのようなアニオン性ポリマー結合化合物を含む。このアニオン性ポリマー結合化合物は、仕上げられたカーペット糸に、さらに耐汚染性を付与する。

【0006】

本発明は、繊維、カーペット糸およびカーペットを処理するための、繊維、カーペット糸およびカーペットの撥水性および耐汚染性を増す水性処理組成物にさらに向けられている。水性処理組成物は、フルオロケミカル化合物、オルガノシリケートポリマー、およびアニオン性ポリマー結合化合物を含むことができる。

【0007】

本発明はまた、繊維またはカーペット糸中への、フルオロケミカル化合物の消費を増やす方法に向けられている。本方法は、繊維、カーペット糸およびカーペットを処理するため、オルガノシリケートポリマーを水性処理組成物に導入することを含み、この水性処理組成物はフルオロケミカル化合物を含んでいる。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明におけるこれらおよび他の特徴および優位性は、下記の詳細な説明に開示された態様および添付の特許請求の範囲を概観した後に、明らかとなるであろう。

【0009】

本発明の本質の理解を進めるため、以下の特定態様の発明および特定用語を用い、特定態様を記述する。当然のことであるが、特定の用語を用いることによって本発明の範囲を限定することは意図しない。あるいは、論じている本発明の原理をさらに改変し、またそのようにさらに適用することは、本発明に関連する技術分野の通常の知識を有する者であれば、普通に気が付くことであろう。

【0010】

本発明に従って、様々な種類の繊維およびカーペット糸を処理することができる。望ましくは、本発明に係る方法を用い、カーペット、すなわち基材に刺し込まれているカーペット糸を処理する。あるいは、基材に刺し込む前に、本発明の方法に従い、カーペット糸または繊維を処理することができる。

【0011】

本発明の記述の最初から終わりまで、多くの用語を用い本発明の観点を記述する。本明細書で用いる場合、「撥水性」の用語は比較的広い意味を有することを意図しており、汚

10

20

30

40

50

れ、油、および／または水がカーペット繊維に付着する傾向を減少させることについて言及している。本明細書で用いる場合、「耐汚染性」の用語もまた、比較的広い意味を有することを意図しており、カーペット繊維が酸性染料および／または分散染料によって汚染される傾向を減少させることについて言及している。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

I 繊維、カーペット糸およびカーペット

様々な繊維および繊維から作られるカーペット糸を用いて、本発明を実施することができる。典型的には、カーペット糸は、ナイロン、ポリエステル、ポリプロピレン、またはそれらの組み合わせ等の押出合成ポリマーを含む。あるいは、ウール若しくはコットンのような天然繊維、または天然繊維と合成繊維との組み合わせからカーペット糸を作ることができる。望ましくは、カーペット糸はナイロン6、ナイロン6,6、ポリエステル、ポリプロピレン、またはそれらの組み合わせの押出繊維を含む。10

【0013】

様々な慣用手段によって、押出繊維を糸に加工することができる。好ましくは、この糸はフィラメント糸が連続する束であり、Superba法やSuesssen法のような慣用手段でヒートセットする。あるいは、この糸は、短纖維紡績糸であってもよい。この糸は、糸メーカーによってフルオロケミカルで前処理されていないことが好ましい。

【0014】

本発明の一態様において、本発明の方法で処理する前に、既に慣用手段によって、カーペット構造にカーペット糸を刺し込んでいる。タフテッドカーペットのステッチパターンおよび密度は、本発明の実施において重要な要素には見えない。また、一部の場合において、カーペットに酸性染料による染色等の染料処理をするとき、本発明の方法を用いカーペットを処理する前に、カーペットが染色処理を完了していることが望ましい。20

【0015】

II カーペット糸およびカーペットに対する処理組成物

本発明に係る水性処理組成物は、一種以上の下記組成物を含む。

【0016】

A フルオロケミカル化合物

本発明に係る水性処理組成物は、フルオロケミカル化合物を少なくとも一種含む。フルオロケミカル化合物はアニオン性またはノニオン性のフルオロケミカルであってもよい。さらに、フルオロケミカル化合物はテロマー型または電気化学的にフッ素化されたフルオロケミカルのいずれかであってもよい。本発明において、市販の様々なフルオロケミカル化合物が、用いるのに好適である。好適なフルオロケミカル化合物は、以下の化合物を含むが、これらに限定されず、DAIKIN TG571、TG472、TG3360およびTG3311、これらはすべてDaikin America, Inc. (Orangeburg, N.Y.)から市販されている；FX-1367F、FX-1355、PM1396およびPM1451、これらはすべて3M Specialty Chemicals Division (St. Paul, Minn.)から市販されている；NRD-372およびN140、どちらもDuPont Flooring Systems (Wilmington, Del.)から市販されている；TG-232D、これはAdvanced Polymers, Inc. (Salem, N.H.)から市販されている；そして、Nuva CPA、これはClariant Corporation (Charlotte, N.C.)から市販されている。好ましくは、本発明に係る水性処理組成物はフルオロケミカル化合物の少なくとも一種を含み、そのフルオロケミカル化合物はDAIKIN TG3311である。30

【0017】

カーペット糸上に所望の濃度を生成するように、本発明の水溶性処理化合物中のフルオロケミカル化合物の量を設定する。好ましくは、フルオロケミカル化合物は、水性処理組成物の総重量に基づき、最大約3.0重量%(以下「pbw」という。)の固形分量で水性処理組成物中に存在する。さらに好ましくは、フルオロケミカル化合物は、水性処理組成物の総重量に基づき、約0.01pbw～約2.0pbwの範囲の固形分量で存在する40

。さらにいっそう好ましくは、フルオロケミカル化合物は、水性処理組成物の総重量に基づき、約0.02pbw～約0.10pbwの範囲の固形分量で存在する。

【0018】

本発明中で用いるのに好適なフルオロケミカル化合物を、本明細書に記述される適用浴に導入される場合に安定な溶液または分散液を生成する任意のフルオロケミカル化合物として、一般的に記述することができる。本発明中で用いるのにもっとも望ましいフルオロケミカル化合物は、アニオン性フルオロケミカル化合物であり、それはこれら化合物が酸性pHを有し、以下に記述する他の化学物質を含む溶液中で、より安定だからである。ノニオン性フルオロケミカル化合物もまた本発明中で有用であることができる。さらに、カチオン性フルオロケミカル化合物もまた、本発明において有用であることができる。

10

【0019】

B オルガノシリケート化合物

本発明の水性処理組成物はまた、オルガノシリケート化合物を少なくとも一種含む。本発明で用いるのに好適なオルガノシリケート化合物類は、米国特許第4,351,736号明細書および米国特許第4,781,844号明細書に開示されるオルガノシリケート化合物類を含み（それらに限定されない）、それらは両方ともBayer Aktiengesellschaft (Leverkusen, Germany)に譲渡されており、そしてそれらを両方ともここで引用することによって、その内容を本明細書に組み入れる。米国特許第4,351,736号明細書（以下「'736特許」という。）および米国特許第4,781,844号明細書（以下「'844特許」という。）に開示されるように、このオルガノシリケート類は、(i)一般式R-Si(OR')₃を有するシラン類、および(ii)一般式Si(OR')₄を有するシラン類から選択される一種以上のシラン類から形成され、ここでRは、置換または未置換の、1～7個の炭素原子を有する炭化水素基並びにハロゲン、アミノ基、メルカプト基、およびエポキシ群から選択される置換基を表し、そしてR'は、1～4個の炭素原子を有するアルキル基を表す。

20

【0020】

水、緩衝剤、界面活性剤（および適切な場合には有機溶媒）とシランを混合し、そして酸性または塩基性条件下で混合物を攪拌することによって、このオルガノシリケート化合物を形成する。望ましくは、生ずるポリマーは、当該ポリマーを形成するために用いるシランの総重量に基づき、一般式Si(OR')₄を有するシラン類約2～約50重量%から形成され、さらに望ましくは約3～約20重量%から形成される。オルガノシリケート化合物を生成するために望ましいシラン類は、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリイソプロポキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、イソブチルトリメトキシシラン、イソブチルトリエトキシシラン、2-エチルブチルトリエトキシシラン、テトラエトキシシラン、2-エチルブトキシトリエトキシシラン、およびそれらの組み合わせを含むが、それらに限定されない。好ましくは、界面活性剤はハロゲン化物、さらに望ましくは塩化物または臭化物含有化合物を含むカチオン性化合物を含む。

30

【0021】

市販のオルガノシリケート化合物のいくつかが、本発明中で用いるのに好適である。好適なオルガノシリケート化合物は、以下の化合物を含むが、それらに限定されない。それら化合物はBAYGARD（商標）ASおよびBAYGARD（商標）SNFであり、それらはBayer Specialty Chemicals (Wellford, S.C.)から市販されている。望ましくは、本発明の水性処理組成物はオルガノシリケート化合物を少なくとも一種含み、そのオルガノシリケート化合物はBAYGARD（商標）SNFである。

40

【0022】

本発明に係る水溶性処理化合物において、オルガノシリケート化合物の量を、カーペット糸上に所望の濃度を生成するように設定する。好ましくは、このオルガノシリケート化合物は、水性処理組成物の総重量に基づき、最大約3.0pbwの固形分量で水性処理組成物中に存在する。さらに好ましくは、オルガノシリケート化合物は、水性処理組成物の総重量に基づき、約0.001pbw～約2.0pbwの範囲の固形分量で存在する。さ

50

らにいっそう好ましくは、オルガノシリケート化合物は、水性処理組成物の総重量に基づき、約0.006pbw～約1.0pbwの範囲の固形分量で存在する。

【0023】

C pH調整剤

本発明の水性処理組成物の重要な特徴は、そのpHである。望ましくは、水性処理組成物のpHは約3.5未満である。約3.5未満のpHは、従来のカーペットに適用されるフルオロケミカル組成物のpHよりも低い。pHが低いことによって、フルオロケミカルを溶液からカーペット糸纖維上／内に運ぶことが促進されると考えられる。さらに望ましくは、水性処理組成物のpHは約1.0より大きく、かつ約2.5未満であり、さらにいっそう望ましくは、2.0未満であり、さらにいっそう望ましくは1.5～1.8の間である。10

【0024】

水性処理組成物に適量の酸を添加することによって、所望のpHを得ることができる。本発明において、用いるのに好適な酸は、ウレアスルフェートおよびスルファミン酸を含むが、これらに限定されない。

【0025】

D アニオン性ポリマー結合化合物

水性処理組成物はまた、アニオン性ポリマー結合化合物を含むことができる。アニオン性ポリマー結合化合物は、耐汚染性化合物としても働くことができるが、この作用は必要なものではない。例えば、カーペット糸がポリプロピレンから作られる場合、アニオン性ポリマー結合化合物がブロックする酸性染料部位がない。それにもかかわらず、アニオン性ポリマー結合化合物を用いると、他の糸と同様に、ポリプロピレンカーペット糸上でフルオロケミカル化合物の性能が向上することが見出されている。さらに、いかなる特別の理論で制約されることは望まないが、アニオン性ポリマー結合化合物が、フルオロケミカルを纖維表面上に保つように作用する。20

【0026】

アニオン性ポリマー結合化合物のうちの一部がまた、ナイロン製カーペット糸上で耐汚染性化合物として作用し、そして本発明中で良好に作用することを見出した。例示的なアニオン性ポリマー結合化合物は、メタクリル酸のポリマーまたはコポリマーである。望ましくは、これらポリマーまたはコポリマーは、例えば、90重量%未満が2,500～250,000の範囲の重量平均分子量と、500～20,000の範囲の数平均分子量を有する分子量範囲を有している。特に望ましいアニオン性ポリマー結合化合物の一種は、Rohm & Haasから市販され、LEUKOTAN（商標）1028の名称で入手可能なポリメタクリル酸である。LEUKOTAN（商標）1028の重量平均に基づく90重量%未満の分子量は9,460であると報告され、そして数平均に基づく90重量%未満の分子量は5,592であると報告されている。30

【0027】

他の特に望ましいアニオン性ポリマー結合化合物は、XP-4-49の名称のメタクリル酸のポリマーであり、以下の手順で作成する。還流冷却器、加熱器具、攪拌装置、温度計、および不活性気体プランケットを備える反応容器内に、メタクリル酸を541bs、水を4521bs、そしてNaOHを1.01bs加えた。この混合物を水性相Aと称する。メタクリル酸を2141bs、水を3031bs、ジアリルマレートを0.161bsおよびNaOHを2.21bsを混合することにより、モノマー原料Bを調製する。二つの触媒原料CおよびDもまた調製する。原料Cは、過硫酸カリウム2.21bsおよび水1971bsから成る。原料Dは、メタ重亜硫酸ナトリウム2.21bsおよび水1971bsから成る。40

【0028】

30分間、窒素プランケット下で約85～約90の温度に、混合物Aを加熱する。過硫酸カリウム1.31bsおよびメタ重亜硫酸ナトリウム1.31bsを添加して反応を開始し、約3～約5のわずかな発熱量である。そして原料B、CおよびDを、容器50

温度を約90～約95に維持して約1時間にわたり反応容器に添加する。添加の最後のところで、そのバッチを1時間の間、約90～約95の温度に保つ。この時間の間に、過硫酸カリウム0.351bs、メタ重亜硫酸ナトリウム0.351bsおよびNaOH2.21bsを、15分毎に計3回添加する。

【0029】

この生成物は(XP-4-49と称する)、わずかに濁った、固体分20.4%、pH3.7、および室温でB型粘土計の#2軸で測定した粘度が4800cpsの、粘稠液体である。

【0030】

望ましくは、XP-4-49をより少量のフェノール型の耐汚染性化合物(Sybron Chemicals, Inc. (Birmingham, N.J.)。現在はBayer Chemicals (Baytown, Tex.)の事業部から「Tanatex Stainfree」の名称で販売される。)と混合する。望ましいXP-4-49:Tanatexの比は、固体分に基づいて約18:1である。例示的な一態様では、73.1部のXP-4-49に(作製時の水を含む)、水を24.5部およびSybron製Stainfreeを2.4部添加する。生じた混合物は、最終粘度が68cpsである、澄んだ、粘稠な、琥珀色の液体である。この特定の混合物をXP-4-50と称し、本発明の方法で用いるのに望ましいアニオン性ポリマー結合/耐汚染性化合物である。

10

【0031】

他のアニオン性ポリマー結合/耐汚染性化合物類もまた示されており、良好に作用する。3M Specialty Chemicals Division (St. Paul, Minn.)製の以下の組成物が、良好に作用する: FX-369、FX-668F、FX-661、およびFX-657。FX-369の主成分は、フェノール樹脂であると考えられている。他のすべての3M製の耐汚染性化合物はメタクリル酸ポリマーまたはコポリマーを含むと考えられ、そして米国特許第4,937,123号明細書および米国特許第4,822,373号明細書の少なくとも一方に記述されると考えられ、それらは両方とも3M Company (St. Paul, Minn.)に譲渡されている。

20

【0032】

本発明中で用いるのに好適な他のアニオン性ポリマー結合/耐汚染性化合物は、DuPont Flooring Systems (Wilmington, Del.)から「SR500」の商品名で販売される製品である。SR500は、主成分としてスチレン-無水マレイン酸共重合体を有する特許組成物である。

30

【0033】

上記で言及したLEUKOTAN(商標)1028に加え、Rohm & Haas製の他のLEUKOTAN(商標)化合物、特にLEUKOTAN(商標)1027、970および1084が、本発明において有用である。LEUKOTAN(商標)1084を例外として、LEUKOTAN(商標)組成物はすべて、様々な分子量のメタクリル酸の、ポリマーまたはコポリマーである。一般的に、これらの化合物は製革業界に販売されるが、米国特許第4,937,123号明細書(3M Company, St. Paul, MNに譲渡)には、この群がナイロンカーペット繊維に適用された場合に、耐汚染性特性を有すると言及する。LEUKOTAN(商標)1084はアクリル酸のポリマーであると考えられている。Peach State Labs (Rome, Ga.)製の耐汚染性材料は、RMとして知られ、記述される発明において有用であることもまた示されている。このRM製品は、変性フェノール材料であると考えられる。

40

【0034】

好ましくは、アニオン性ポリマー結合化合物は、水性処理組成物の総重量に基づき、最大約2.0重量%(以下「pbw」という。)の固体分量で水性処理組成物中に存在する。さらに好ましくは、アニオン性ポリマー結合材料は、水性処理組成物の総重量に基づき、約0.005pbw～約0.6pbwの範囲の固体分量で存在する。さらにいっそく好ましくは、アニオン性ポリマー結合材料は、水性処理組成物の総重量に基づき、約0.03pbw～約0.3pbwの範囲の固体分量で存在する。

【0035】

50

E 他の選択的組成物

水性処理組成物はまた、以下の選択的組成物を含むことができる。

【0036】

1. 着色料

いくつかの場合において、この水性処理組成物はまた、染料または顔料を含む一種以上の着色料を含むことができる。例えば、カーペット糸またはカーペットにナイロンまたはポリエスチル繊維が含まれる場合、水性処理組成物に染料を添加することができる。

【0037】

III 処理組成物の作成方法

以下の例示的な手順を用いて水性処理組成物を調製することができる。典型的には、製造業者は、フルオロケミカル、オルガノシリケートポリマーおよび耐汚染性化合物を、濃縮水性分散液として提供する。混合容器の中の水に、これら濃縮物を単に添加することができ、そして室温で攪拌することができる。一部のフルオロケミカルおよび／または耐汚染性組成物はエマルジョン形態であるため、高せん断に敏感である可能性があり、望ましくは、低せん断で攪拌を行う。そのpHを測定し、そして酸を適量加え、所望の水準にpHを導く。

【0038】

本発明の例示的な一態様において、最初に容器に所望の量の水を添加することによって、水性処理組成物を調製する。（存在する場合には）アニオン性結合材料をその後添加し、次いでオルガノシリケート化合物、そしてフルオロケミカル化合物を添加し、そして最後に組成物のpHを調節するため、酸を添加する。適用設備に引渡す場合、バッチとして貯蔵タンク内に水性処理組成物を調製することができる。あるいは、ポンプ、流量計および静的若しくは動的混合装置を用いることによる、貯蔵容器の必要がない直接適用の場合、連続混合様式で水性処理組成物を調製することができる。

【0039】

IV カーペット糸およびカーペットの処理方法

本発明は、カーペット糸および／またはカーペットを上述の水性処理組成物と接触させることによって、カーペット糸およびカーペットを処理する方法にさらに向けられている。本発明の好ましい態様の一つでは、カーペット糸を水性処理組成物に浸漬する。好ましくは、水性処理組成物浴にカーペットを浸漬することによって、浸漬を達成する。さらに好ましくは、例えば当業界で「フレックスニップ アプリケーター」として知られている装置内で、水性処理組成物のたまり部を通してカーペットを引くことによって、このカーペットを浸漬する。あるいはカーペットを染色容器のような水性処理組成物を含む容器内に置くことができる。さらに、カーペットを浸漬するため、水性処理組成物をカーペット上にスプレーするか、またはカスケードすることができる。

【0040】

カーペットまたはカーペット糸に適用される水性処理組成物の量は、望ましくはカーペット（またはカーペット糸）：水性処理組成物の比が、少なくとも約0.5:1を与えるような量である。カーペットに適用する液体量に関する一般的な表現は、「液体含浸率(wet pick-up)」である。この表現を用いると、望ましい液体含浸率は、少なくとも約50%である（すなわち、100グラムのカーペットまたはカーペット繊維が、少なくとも50グラムの水性処理組成物を「含浸」する）。さらに好ましくは、液体含浸率は、約50%～約6000%の間である（すなわち約0.5:1～約60:1の比）。さらにいっそく好ましくは、液体含浸率は約200%～約500%の間である（すなわち約2:1～5:1の比）。圧搾ローラ等の慣用手段によって、液体含浸率水準の制御を果たすことができる。

【0041】

カーペット糸に接する水性処理組成物を加熱することで、本発明の方法の能力が増すことを見出した。以下の例で示されるように、加熱ステップにより、カーペット糸上へのフルオロケミカル化合物の良好な消費を得るための所要時間が、大幅に短縮化される。この

10

20

30

40

50

ように（必要ではないが）、この加熱ステップにより、本方法の効率を大幅に改善する。いかなる特別の理論で制約されることは望まないが、この加熱処理が、フルオロケミカル化合物の分子をカーペット糸に、硬化または固定させる手助けをすると考えられる。

【0042】

本発明の一態様では、約160°F(71)～約260°F(127)の温度で、約15秒～約60分範囲の間、さらに望ましくは、約180°F(82)～約220°F(104)の温度で、約30秒～約8分の範囲の間、加熱ステップを実施する。さらにいっそう望ましくは、水性処理組成物で処理されたカーペットを、周囲圧力で蒸気に暴露する、すなわち212°F(100)で最大約90秒間暴露することによって、加熱ステップを達成する。

10

【0043】

望ましくは、加熱ステップの後、カーペットをすすぎ、過剰の化学物質を除く。任意の慣用手段によって、このすすぎステップを行うことができる。望ましくは、すすぎの後、減圧脱水機のような慣用手段によって、過剰の水を除く。典型的には、脱水後の含水率は、カーペットの総重量に基づき、約20～約30%である。カーペットから過剰の水を除いた後に、典型的には、フロースルーオープンでカーペットを乾燥する。望ましくは、250°F()以下の乾燥温度で、約2分～約3分の乾燥時間で、カーペットを乾燥する。

【0044】

本発明の一態様では、染色工程の間、カーペット糸またはカーペットに、水性処理組成物を適用する。この態様において、水性処理組成物は、一種以上の酸性染料のような染料をさらに含む。

20

【0045】

望ましくは、繊維、カーペット糸およびカーペットを処理する本方法は、この繊維が、ポリアミド、ポリエステル、ポリプロピレン、またはそれらの組み合わせを含むか否かに関係なく、100%の所与適用量に対して、約70%を超える理論量のフッ素を有する繊維、カーペット糸およびカーペットを生ずる。すなわち、繊維、カーペット糸およびカーペットを処理する本方法は、ポリアミド、ポリエステル、ポリプロピレン、またはそれらの組み合わせを含む繊維に関して、理論上100%のフッ素消費率に基づき、約70%を超えるフッ素消費効率を有する。例えば、100%の消費率での所与適用において、所与の繊維またはカーペット糸中の理論量のフッ素が400F1(ppm)である場合、本発明の方法は、少なくとも約280F1(ppm)のフッ素含有率を有する繊維またはカーペット糸を生ずる。さらに望ましくは、繊維、カーペット糸およびカーペットを処理するこの方法は、100%の消費率での所与の適用において、理論量のフッ素の約80%を超えて（すなわち、約80%超のフッ素消費効率）、さらにいっそう望ましくは、90%を超えて（すなわち、約90%超のフッ素消費効率）含まれる繊維、カーペット糸およびカーペットを生ずる。

30

【0046】

本発明の望ましい態様の一つでは、繊維、カーペット糸およびカーペット処理するこの方法は、理論上100%のフッ素消費率に基づき、約70%超のフッ素消費効率を有し、この繊維またはカーペット糸がポリアミド、ポリエステル、ポリプロピレン、またはそれらの組み合わせか否かに関係なく、処理済繊維、カーペット糸および/またはカーペットを蒸気に暴露することに限定する。望ましくは、繊維、カーペット糸およびカーペットを処理する本方法は、約70%、さらに望ましくは約80%、さらにいっそう望ましくは約90%より多いフッ素消費効率を有し、処理済繊維、カーペット糸および/またはカーペットを90秒未満、望ましくは60秒未満、そしてさらにいっそう望ましくは45秒未満、蒸気に暴露することに限定する。

40

【0047】

V 処理済繊維、カーペット糸およびカーペット

本発明は、繊維、カーペット糸またはカーペットの上に望ましい濃度のフルオロケミカ

50

ル化合物およびオルガノシリケート化合物を有する、処理済纖維、カーペット糸およびカーペットの方向にさらに向けられている。望ましくは、処理済纖維またはカーペット糸は、纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、最大約2.0 p b wの量のフルオロケミカル化合物を含む。さらに望ましくは、処理済纖維またはカーペット糸は、纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、約0.1 p b w～約2.0 p b wの範囲の量のフルオロケミカル化合物を含む。さらにいっそう望ましくは、処理済纖維またはカーペット糸は、纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、約0.2 p b w～約0.8 p b wの範囲の量のフルオロケミカル化合物を含む。

【0048】

さらに、処理済纖維またはカーペット糸には、纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、最大約2.0 p b wの範囲の量のオルガノシリケート化合物を含むことが望ましい。さらに望ましくは、処理済纖維またはカーペット糸は、纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、約0.05 p b w～約0.75 p b wの範囲の量のオルガノシリケート化合物を含む。さらにいっそう望ましくは、処理済纖維またはカーペット糸は、纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、約0.1 p b w～約0.3 p b wの範囲の量のオルガノシリケート化合物を含む。

【0049】

処理済纖維またはカーペット糸は、アニオン性ポリマー結合化合物(および/または耐汚染性化合物)を随意選択的に含むことができる。本発明の例示的な態様の一つとして、処理済纖維またはカーペット糸は、(存在する場合には)纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、最大約2.0 p b wの量のアニオン性ポリマー結合化合物(および/または耐汚染性化合物)を含む。さらに望ましくは、処理済纖維またはカーペット糸は、(存在する場合には)纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、約0.2 p b w～約3.0 p b wの範囲の量のアニオン性ポリマー結合化合物(および/または耐汚染性化合物)を含む。さらにいっそう望ましくは、処理済纖維またはカーペット糸は、(存在する場合には)纖維またはカーペット糸の総乾燥重量に基づき、約0.4 p b w～約1.0 p b wの範囲の量のアニオン性ポリマー結合化合物(および/または耐汚染性化合物)を含む。

【実施例】

【0050】

以下の例によって、本発明をさらに具体的に説明するが、決して、それらは発明の範囲に制限を課すものとして解釈されない。一方、本明細書を読んだ後に、本明細書の精神および/または添付の請求の範囲から外れることなく、当事者に示唆する種々の他の態様、改良、およびこれらと同等のものを行うことは、明らかに理解されよう。

【0051】

以下の例において、以下の材料を用いた。

【0052】

カーペットの構成

以下の例において用いたカーペット片は、下記に注意書きするような様々な外観の糸で作られた：

S 916 生地（未漂白未染色）と称する例の場合、これはポリエステル短纖維(Nanya Plastics Corporation, Lake City, S.C.)から形成されるカーペットサンプルであり、Suesteen 植付法にかけられている。

H 689 生地（未漂白未染色）と称する例の場合、これは1560デニールのポリエス テル長纖維(Shaw Industries, Dalton, Ga.)から形成されるカーペットサンプルであり、Superba 植付法にかけられている。

R & D 48 - 9435と称する例の場合、これは1560デニールのポリ(トリメチレンテレフタレート)(PTT)長纖維(Shaw Industries, Dalton, Ga.)から形成されるカーペットサンプルである。

3833 生地（未漂白未染色）と称する例の場合、これはポリプロピレンカットパイル

10

20

30

40

50

繊維から形成されるカーペットサンプルである。

X 7 9 7 生地（未漂白未染色）と称する例の場合、これはナイロン 6 長纖維のループバイル纖維から形成されるカーペットサンプルであり、S u p e r b a 植付法にかけられている。

【 0 0 5 3 】

下記に注意書きした相違以外は下記方法に従って、全ての例を実施した。

【 0 0 5 4 】

浴からのフルオロケミカルおよびオルガノシリケート化合物の適用

下記の例において、上述のフルオロケミカル化合物およびオルガノシリケートポリマーを含む水性処理組成物に、取り出したサンプル片を浸漬することで、フルオロケミカルおよびカチオン性オルガノシリケートポリマーを適用した。これら例に関して、処理する製品または布帛の総重量に基づいて、0 . 2 p b w ~ 0 . 8 p b w の範囲の量のアニオン性フルオロケミカルおよび0 . 2 p b w ~ 0 . 3 p b w の範囲の量のオルガノシリケートポリマー、そして所望範囲に pH を調整するための酸で、フラットパンアプリケーター中の溶液を作った。取り出された布帛は、3 5 0 ~ 4 0 0 % の液体含浸率範囲内にあり、そしてその後、蒸気加熱した。

10

【 0 0 5 5 】

蒸気加熱

6 0 秒間の蒸気加熱時間、水平動のスチーマー内に浸漬したサンプル片を置き、カーペット纖維上にフルオロケミカルおよびオルガノシリケート化合物を固定した。刺し込まれたバイルを上にして、布帛を 3 0 秒間蒸気加熱し、そして刺し込まれたバイルを下にして 3 0 秒間蒸気加熱し、溶液の流れを実現した。

20

【 0 0 5 6 】

すすぎ / 脱水

その後、蒸気加熱したサンプル片をスチーマーから取り出し、そして 3 ガロン容量の周囲の水道水に 1 0 ~ 1 5 秒間浸漬し、洗浄ステップをシミュレートした。その後、高速 B O C K 遠心機でサンプル片を 4 分間脱水し、水分濃度を 2 0 ~ 3 0 % W P U 範囲に下げた。

【 0 0 5 7 】

乾燥

30

その後、脱水されたサンプル片、またはフルオロケミカルの局所的な適用を伴うサンプル片を、バイルを上に、2 2 5 ° F (1 0 7)で稼動している電熱式強制空気オーブン内に 5 分間、置いた。乾燥機から取り出した時点で、サンプル片は、1 ~ 2 % 範囲の含水率を有していた。

【 0 0 5 8 】

一種以上の下記試験法によって、本例の製造物を分析した。

【 0 0 5 9 】

フッ素 (P P M)

カーペットサンプルに適用したフルオロケミカル濃度を測定するために用いた分析は、1 9 8 3 年 1 0 月にTextile Fibers Department of E. I. DuPont De Nemours & Company, Inc. から T M - 0 3 7 1 - 6 6 、 N - M 2 7 4 1 4 . 0 0 の番号の下に、発行された「N Y L O N F L U O R I N E C O N T E N T - C O M B U S T I O N F L A S K O X I D A T I O N / S P E C I F I C I O N M E T E R」分析である。簡単に説明すると、サンプルを酸素燃焼フラスコ内で燃焼させることによって、この分析を実施する。水酸化ナトリウム溶液にフッ素化物を吸収し、そしてその溶液の pH およびイオン強度を調整する。電位差測定で、フッ素化物イオン濃度（活性）を測定する。その結果を、フッ素 (p p m) として報告する。

40

実施例 1

【 0 0 6 0 】

フルオロケミカル単独、およびオルガノシリケートポリマーとフルオロケミカルの適用

50

以下のカーペットサンプル基材を準備した：

- (1) S 9 1 6 生地(未漂白未染色) - N a n y a 製ポリエステル短纖維、S u e s s e n 植付
- (2) H 6 8 9 生地(未漂白未染色) - S h a w 製1560年代のポリエステル長纖維、S u p e r b a 植付
- (3) R & D 4 8 - 9 4 3 5 - S h a w 製P T T 長纖維
- (4) 3 8 8 3 生地(未漂白未染色) - ポリプロピレンカットパイル
- (5) X 7 9 7 生地(未漂白未染色) - S h a w 製ナイロン6ループパイル、S u p e r b a

【0061】

10

それぞれのサンプルを、pH 4 のノニオン性界面活性剤溶液と共に 400% w p u すぎ、180秒間蒸気加熱し、新たな水ですすいで、そして高速遠心機を用いて最小で 20% w p u の範囲まで脱水した。すすいで脱水した生地(未漂白未染色)サンプルを、その後上述の水性処理組成物で処理し、60秒間蒸気加熱し、新たな水ですすいで、高速遠心機で脱水し、そしてフロースルーオーブンで 225°F (107°C) で 5 分間乾燥した。

【0062】

処理浴 1 - コントロール(オルガノシリケートポリマーは存在しない)：

- 水 - 生地(未漂白未染色)重量に基づき 400%
- フルオロケミカル - DAIKIN TG 3311、12.5% の活性フッ素、0.30% o w f (o w f = 繊維重量に対し)
- pH 調整剤 - A - 80N 酸(ウレアスルフェート、Peach State Labs, Rome, Ga.)、2.5% o w f
- 最終 pH - 1.7 ~ 1.75

【0063】

処理浴 2 - BAYGARD (商標) SNF ポリマー試験：

- 水 - 生地(未漂白未染色)重量に基づき 400%
- フルオロケミカル - DAIKIN TG 3311、12.5% の活性フッ素、0.30% o w f
- BAYGARD (商標) SNF、カチオン性オルガノシリケートポリマー、0.25% o w f
- pH 調整剤 - A - 80N 酸(ウレアスルフェート、Peach State Labs, Rome, Ga.)、2.5% o w f
- 最終 pH - 1.7 ~ 1.75

【0064】

前掲のような処理浴 1 処方および処理浴 2 処方で、サンプル 1 ~ 4 を処理した。サンプル 5 を (i) 前掲のような処理浴 1 処方で処理し、そして (ii) 1.0% o w f の 3M 製 FX 657 耐汚染性化合物を外添した前掲の処理浴 2 で処理した。

【0065】

その後、消費率を測定するため、このサンプルをフッ素含有率について分析した。分析結果を下記の表 1 に示す。

【0066】

【表1】

表1 フッ素 (ppm)

サンプル	処理浴1 フッ素(ppm)	処理浴2 フッ素(ppm)
1	262	332
2	194	278
3	211	358
4	271	345
5	323	387

10

【0067】

この適用量に対して、理論量のフッ素 (ppm) は、100% の消費率で 380 ppm である。上記表1に示すように、水性処理組成物にオルガノシリケート化合物を含ませることによって、カーペットサンプルへのフッ素の消費が大幅に増加する。

20

【0068】

本明細書には、それらの特定態様に関して詳細に記述されているが、前述の知識に到達する当業者は、これらの態様の変更、バリエーション、および同等のものを容易に思いつくことができる事を評価するべきであろう。従って、本発明の範囲は、添付の特許請求の範囲およびそれらの同等のものとして評価されるべきであろう。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
D 0 6 M 101/34 (2006.01) D 0 6 M 101:34

(74)代理人 100082898

弁理士 西山 雅也

(72)発明者 ジョーンズ, デニス ジェイ . , ジュニア
アメリカ合衆国, ジョージア 30720, ダルトン, カンタベリー ドライブ 1912

審査官 加賀 直人

(56)参考文献 特開2000-234270 (JP, A)
米国特許第06225403 (US, B1)
国際公開第02/002862 (WO, A1)
米国特許出願公開第2002/0025442 (US, A1)
特開2003-193370 (JP, A)
特開2001-279578 (JP, A)
特開平09-143877 (JP, A)
特開昭58-104284 (JP, A)
特開昭63-146976 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D06M13/00-15/715