

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 98 631

REQUERENTE: ALBRIGHT & WILSON LIMITED, britânica, com sede em 210-222 Hagley Road West, Oldbury, Warley, West Midlands, Reino Unido

EPÍGRAFE: "Aparelho e processo para tratamento retardador de chama de tecidos com uma composição à base de tetraquis(hidroxi-organo)-fosfónio"

INVENTORES: Robert Cole

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883.

Reino Unido em 10 de Agosto de 1990 sob o nº. 9017537.3

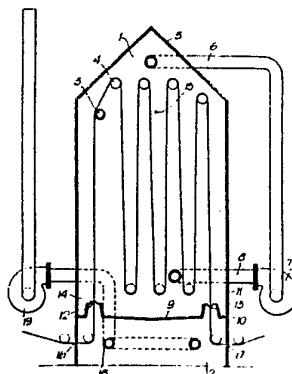
PATENTE N°. 98 631

"Aparelho e processo para tratamento retardador de chama de tecidos com uma composição à base de tetraquis(hidroxi-organo)fosfônio"

R E S U M O

O presente invento refere-se a um aparelho para o tratamento retardador de chama eficaz de têxteis, que inclui uma câmara (1), um ponto de entrada (12) e um de saída (13) para o tecido entrar e sair da câmara (1), pelo menos uma conduta (3) localizada dentro da câmara (1), para a passagem de um gás incluindo amoníaco pelo textil, meios de reciclagem (6, 7, 8) para remover pelo menos algum gás da referida câmara (1) e o reenviar a ela, juntamente com meios de amostragem (15) para controlar o nível de amoníaco na câmara. De preferência o tecido passa em serpentina sobre uma pluralidade de rolos (4) dentro da câmara (1). A câmara também pode possuir um tecto inclinado (5) para evitar que o líquido condensado pingue para cima do tecido e um canal (10) para recolher o líquido condensado.

A concentração inicial de amoníaco é regulada na gama de 70% a 90% de modo a proporcionar uma reserva de amoníaco para compensar a maior absorção de amoníaco pelo tecido, a baixa temperatura.



MEMÓRIA DESCRITIVA

Este invento refere-se a um aparelho para uso no tratamento retardador de chama de têxteis, em partículas de têxteis celulósicos e a um processo para utilizar o referido aparelho.

Os têxteis celulósicos são geralmente tornados retardantes de chama pela impregnação com uma solução aquosa de uma composição de tetraquis(hidroxi-organo)fosfônio (THP). A composição THP pode ser um sal de THP, um seu derivado parcialmente neutralizado ou um condensado com um composto que contenha azoto tal como a ureia. A impregnação com a composição de THP é seguida de secagem e cura com amoníaco gasoso para produzir um polímero curado, insolúvel na água, associado com o têxtil. O amoníaco gasoso pode ser passado directamente dentro duma câmara através da qual passa o tecido têxtil, ou, de preferência, o amoníaco gasoso é forçado a passar através do tecido dentro da câmara. Nas nossas patentes anteriores GB-A-1 439 608 e GB-A-1 439 609, estão descritos aparelhos preferidos que consistem numa câmara fechada com juntas de entrada e saída através da qual o tecido corre, uma conduta estreita localizada na câmara e tendo um ou mais orifícios através dos quais o amoníaco gasoso emitido passa em seguida através do tecido passando por cada orifício, tendo a câmara meios de prevenir que a água condensada goteje sobre o tecido.

O aparelho apresenta várias desvantagens designadamente não é capaz de dar uma cura satisfatória a velocidades de processamento superiores a 20 metros/minuto; o nível de cura pode algumas vezes ser menor do que o ideal pelo que pode ser necessário voltar a tratar o tecido; e as quantidades relativamente grandes de amoníaco que são utilizadas resultam em perdas de amoníaco para a atmosfera, com a poluição atmosférica consequente.

O presente invento apresenta um aparelho melhorado que é capaz de trabalhar a velocidades de processamento mais altas; este dá um nível de eficiência de cura consistentemente alto que não é

susceptível a variação com grandes variações dos parâmetros do processamento tais como velocidade do tecido, teor em humidade do tecido, concentração de amoníaco, e temperatura da cura; e que utiliza uma quantidade óptima de amoníaco para obter a cura e assim as quantidades de amoníaco empregues são consideravelmente reduzidas e a poluição do ambiente é minimizada.

Consequentemente, o presente invento proporciona, por outro lado, um aparelho para o tratamento retardador de chama de um tecido celulósico submetendo o tecido à acção de um gás incluindo amoníaco, no qual o referido aparelho compreende uma câmara, uma entrada e uma saída da referida câmara para o referido tecido, pelo menos uma conduta situada na referida câmara e tendo pelo menos um orifício que (ou a totalidade do qual) se prolonga a toda a largura do tecido, meios para pôr o tecido a passar em contacto com a referida conduta e sobre o referido orifício, meios para medir a taxa de amoníaco alimentado à câmara, meios de reciclagem adaptados para remover pelo menos algum do referido gás da referida câmara e o reenviar a ela, meios para analisar o teor em amoníaco do gás e meios para medir a temperatura dentro da câmara.

Num segundo aspecto, o presente invento também proporciona um processo para o tratamento retardador de chama de um tecido celulósico em que se faz a impregnação do tecido com uma solução aquosa de uma composição de tetraquis(hidroxi-organo)fosfónio (THP), secando pelo menos parcialmente o tecido impregnado e tratando-o depois com um gás que inclui amoníaco, no referido aparelho e retirando o tecido tratado do aparelho, sendo removido pelo menos algum do referido gás do aparelho e reciclado em seguida para ele durante o referido processo.

O presente invento também proporciona um tecido que foi tratado no aparelho e um tecido que foi tornado retardador de chama de acordo com o processo, ambos descritos acima.

As características essenciais do processo são que a taxa de alimentação de amoníaco é controlada precisamente em relação à

quantidade de tecido a ser processado e que a câmara de cura é previamente cheia com amoníaco para garantir uma reserva de amoníaco que permita quaisquer pequenas variações no consumo de amoníaco relativamente à entrada de amoníaco. Sob estas condições, a temperatura na câmara aumenta gradualmente e a concentração de amoníaco na câmara diminui gradualmente até que ambos atinjam uma condição de estado estacionário. Quando este estado estacionário é atingido, o consumo de amoníaco é compensado com a entrada de amoníaco, o que foi ajustado para assegurar a completa polimerização do composto THP com um mínimo de transporte de amoníaco que não reagiu.

Não é essencial controlar a concentração precisa de amoníaco ou a temperatura da câmara na condição de estado estacionário. Partindo sempre de uma temperatura mais baixa e de uma concentração mais alta de amoníaco, nós asseguramos que no estado estacionário, i.e. até ser atingido um equilíbrio nós asseguramos que a cura é completa embora isto signifique que há um ligeiro transporte de amoníaco em excesso.

Cada um dos pontos de saída e entrada para o tecido é de preferência selado, de uma forma substancialmente estanque ao gás, por meio de juntas ou abas flexíveis (p. ex. borracha). Na câmara há pelo menos uma conduta para encaminhar o amoníaco gasoso para dentro da câmara, tendo a conduta pelo menos um orifício ou perfuração através da qual o amoníaco passa para a atmosfera da câmara, através do tecido que se move sobre o orifício ou perfuração. Cada perfuração pode ser de forma redonda, quadrada, rectangular ou elíptica, e pode estar, por exemplo, na forma de uma série de fendas ou de uma fenda única. De preferência os orifícios prolongam-se substancialmente ao longo de toda a largura do tecido, o que permite que substancialmente todo o amoníaco passe através do tecido.

De modo a se processarem tecidos de diferentes larguras é assim preferível ter placas ou coberturas adequadas para fechar as porções dos orifícios não tapadas pelos tecidos mais estreitos. A câmara pode conter de uma a quatro condutas, cada

uma com um ou mais orifícios emitindo amoníaco através do tecido. De preferência, proporcionam-se meios para manter o ângulo de contacto entre o tecido e o orifício a menos de 60°. Apesar de a conduta ou as condutas poderem estar localizadas em qualquer parte na câmara, elas estão, preferivelmente numa localização tal que o amoníaco seja forçado através do tecido pouco tempo depois do tecido entrar na câmara. Para além do tratamento do tecido com amoníaco forçado através do tecido nas condutas, o tecido passa também de preferência através da atmosfera de amoníaco gasoso e vapor de água que estará presente na câmara. A câmara está de preferência equipada com uma pluralidade de rolos, que podem ser motorizados ou doidos, de modo que o tecido pode passar numa configuração de serpentina sobre os rolos. Após a passagem através da atmosfera na câmara, o tecido curado deixa a câmara pelo ponto de saída.

O tecido ao entrar na câmara contém geralmente alguma humidade e a reacção de cura também produz água como sub-produto; esta água, juntamente com a que entra no tecido, volatiliza-se na câmara como vapor, por causa do calor da reacção de cura. A concentração de vapor na câmara é de preferência mantida ao mínimo, e isto pode ser conseguido permitindo a condensação do vapor nas paredes internas da câmara, associada de preferência com meios para evitar que a água condensada pingue sobre o tecido. Estes meios podem compreender um tecto inclinado na câmara, juntamente com meios para recolher a água condensada no fundo da câmara sem contacto com o tecido, tal como um canal ou dreno em circunferência. A água condensada pode ser retida dentro da câmara mas é preferível removê-la continuamente da câmara. Os gases na câmara, compreendendo amoníaco e vapor, podem ser retirados da câmara por meio de um tubo exaustor e em seguida devolvidos à câmara numa posição afastada do tubo exaustor, de preferência na porção mais baixa da câmara. O retorno pode ser por meio de uma conduta perfurada sobre a qual passa o tecido, mas de preferência por meio de um tubo perfurado emitindo os gases para a atmosfera da câmara. Vantajosamente o tubo exaustor está localizado na câmara perto de uma ou mais das condutas com orifícios através dos quais o amoníaco fresco é forçado através

do tecido, porque esta é a localização da emissão máxima de calor e vapor.

A conduta de amoníaco e o tubo exaustor estão de preferência ambos localizados na parte superior da câmara, enquanto que o tubo de retorno está de preferência localizado na parte inferior da câmara. Em alternativa, a conduta de amoníaco ou o tubo exaustor podem estar localizados na parte inferior da câmara. A exaustão e o retorno dos gases podem estar associados com meios de condensação da água na câmara, mas além disso (ou em alternativa) os gases de exaustão podem ser passados através de um refrigerante para reduzir o seu teor em água antes do retorno do gás à câmara. O gás que retorna à câmara pode estar aproximadamente à mesma temperatura a que a deixa pelo tubo exaustor mas é, preferivelmente, mais frio. Quando os gases são arrefecidos externamente, a câmara pode ser equipada com uma manga aquecida para reduzir a condensação na câmara. Uma manga de arrefecimento também pode ser usada para aumentar a condensação nas paredes da câmara, para reduzir ou eliminar a necessidade de meios de condensação externos. Contudo, o exaustor de reciclagem e a linha de retorno para o amoníaco deverão estar ainda presentes para tornar mais uniforme a concentração de amoníaco dentro da câmara. O aparelho do presente invento também contém meios de amostragem da atmosfera dentro da câmara, com o fim de poderem ser feitos os ajustamentos necessários à taxa de alimentação do amoníaco, para assegurar que é mantida uma concentração estacionária de amoníaco.

A câmara é montada de preferência numa base que define um compartimento inferior, com o qual os pontos de entrada e saída do tecido na câmara estão em contacto substancialmente estanque ao gás. Este compartimento inferior está, também, provido com pontos de entrada e de saída do tecido, juntamente com uma abertura de saída do compartimento, que de preferência está sob pressão reduzida de um ventilador de sucção externo.

Para utilizar o aparelho o tecido celulósico é primeiro impregnado com uma composição de tetraquis(hidroxi-organo)fosfónio.

O tecido celulósico é de preferência substancialmente todo celulósico mas pode compreender fibras de celulose e outras fibras co-misturáveis ou co-fiáveis com elas. As fibras não-celulósicas são de preferência fibras de poliamida ou de poliéster mas também podem ser acrílicas (especialmente fibras modacrílicas). As fibras de poliamida podem ser alifáticas, tais como copolímeros de alquilenodiaminas e ácidos alquilenodicarboxílicos (p. ex. nylon 66) ou polilactamas (tais como nylon 6) ou podem ser aromáticas, tais como aramida, baseada em ácidos aromáticos dicarboxílicos e fenilenodiaminas.

O tecido pode conter pelo menos 30% de fibras celulósicas e até 70% de fibras co-misturáveis (p. ex. 10-70% e especialmente 25-60% de fibras co-misturáveis), tais como fibras de poliamida. Tecidos mistos particularmente importantes são aqueles que contêm fibras celulósicas e fibras poliéster. Os tecidos mistos contêm adequadamente até 70% (p. ex. até 60%) de fibras de poliéster e de 30%, p. ex. acima de 40%, de fibras celulósicas (p. ex. 1-70% ou 1-60%, tais como 15-60%, particularmente 22-38% ou 38-60% de fibras poliéster e 30-99% ou 40-99% tal como 40-85%, particularmente 62-78% ou 40-62% de fibras celulósicas). Preferem-se os tecidos mistos compreendendo 40-78% de fibras celulósicas e 22-60% de fibras de poliéster ou 30-62% de fibras celulósicas e 38-70% de fibras de poliéster. As fibras celulósicas são de preferência algodão natural, mas podem ser rami, linho ou fibras regeneradas p. ex. viscose ou fibras de cupramônio. O poliéster pode ser um produto de condensação contendo unidades estruturais de um álcool alifático (p. ex. um álcool di-hídrico tal como etilenoglicol) e um ácido dicarboxílico aromático (p. ex. ácido tereftálico).

O tecido pode ser não tecido mas de preferência é tecido. As fibras celulósicas e outras podem ser uma mistura íntima ou não íntima, mas as fibras estão de preferência na forma de uma mistura de fibras celulósicas e de outras fibras (p. ex. fibras de poliéster), como numa mistura co-fiada de fibras do tipo algodão poliéster. Alternativamente, as fibras podem estar na forma de fios com núcleos, com um núcleo de, p. ex., poliéster

revestido por fibras de algodão. Num tecido, as fibras da urdidura e da trama são de preferência iguais, mas podem ser diferentes p. ex., uma pode ser de fibras de algodão e a outra de fibras de algodão/poliéster. Assim nesta especificação o termo "mistura" também inclui uniões e união/misturas tal como fibras com núcleo revestido. O tecido é de preferência um com um peso de 100-1000 g/m² p. ex. 150-400 g/m², tal como tecido de algodão poliéster para camisas, lençóis e cortinas.

No composto de tetraquis(hidroxi-organo)fosfónio, cada grupo hidroxi-organo é de preferência um grupo alfa-hidroxi-organo tendo de 1 a 9 átomos de carbono, especialmente um de fórmula HOC(R¹R²)- onde cada R¹ e R² (que podem ser iguais ou diferentes) representa hidrogénio ou um grupo alquilo tendo de 1 a 4 átomos de carbono, p. ex. metilo ou etilo. De preferência R¹ é hidrogénio e especialmente ambos R¹ e R² são hidrogénio, como nos compostos tetraquis(hidroximetil)fosfónio.

A utilização de compostos de tetraquis(hidroxi-organo)fosfónio em geral será seguidamente ilustrada em relação aos compostos tetraquis(hidroximetil)fosfónio (THP), mas podem ser usadas quantidades molares correspondentes de outros compostos de tetraquis(hidroxi-organo)fosfónio.

A composição THP é de preferência um sal de THP misturado com um composto que contém azoto condensável com ele, tal como melamina, melamina metiolada ou ureia, ou um composto precondensado do referido sal de THP e do referido composto contendo, ou um sal de THP ou pelo menos um sal de THP parcialmente neutralizado, p. ex. hidróxido de THP, com ou sem o referido composto contendo azoto.

A composição THP é de preferência um precondensado de um sal THP (p. ex. cloreto de THP ou sulfato de THP e ureia, numa relação molar de ureia para THP de 0,05 a 0,8:1, p. ex. 0,05 a 0,6:1, tal como 0,05 a 0,35:1 ou 0,35 a 0,6:1, e está em solução aquosa, usualmente com um pH de 4 a 6,5 p. ex. 4 a 5.

A concentração do composto organofosforoso na solução aquosa de impregnação pode ser de 5 a 50% (expressa em peso como ião THP⁺), p. ex. 15 a 35%, especialmente 15 a 25%. Se se desejar, a solução pode conter um agente molhante, p. ex. um agente molhante aniônico ou não iônico.

O tecido é impregnado com a solução THP e o tecido húmido é espremido, até uma retenção ("wet-pick up") de 30 a 130%, p. ex. 60 a 100% (baseado no peso original do tecido). O tecido após impregnação tem usualmente uma retenção de organofosforoso de menos do que 40% p. ex. 10 a 40% tal como 10 a 30% (p. ex. 15 a 30% e especialmente 15 a 25% como ião THP⁺), baseado no peso original do tecido.

O tecido impregnado é então seco p. ex. até um teor em humidade de 0 a 20% p. ex. 5 a 15%, tal como cerca de 10%, sendo a percentagem calculada a partir do aumento de peso do tecido e do peso de produtos químicos impregnados. A secagem pode ser feita numa râmola ("stenter oven") ou sobre vasos aquecidos p. ex. vasos com vapor e pode compreender aquecimento de 80 a 120°C durante 10 minutos a 1 minuto.

O tecido seco entra então no aparelho do presente invento onde é curado com amoníaco. De preferência, o tecido passa através do ponto de entrada de tecido do compartimento inferior, depois através do compartimento inferior e entra finalmente na câmara através do ponto de entrada na câmara. O tecido é depois passado sobre os orifícios e o amoníaco é forçado através dele.

A seguir o tecido passa através da atmosfera de vapor de água/amoníaco na câmara, antes de sair pelo ponto de saída do tecido da câmara, e (se presente) através do compartimento inferior e do ponto de saída do tecido do compartimento inferior.

Quando a operação começa, a câmara é cheia com amoníaco que desloca o ar através dos pontos de saída e de entrada do tecido e também através de aberturas adicionais na base da câmara que podem ser proporcionadas com esta finalidade, até que a

concentração de amoníaco seja pelo menos 40% em volume (conforme determinado por meio de um amostrador e analisador). A concentração inicial de amoníaco é de preferência ajustada num nível alto (70% a 90%), com o fim de assegurar uma reserva de amoníaco que é utilizada para compensar o gasto mais elevado de amoníaco durante o período de aquecimento inicial.

O tecido é então passado através da câmara, usando um caudal de alimentação de amoníaco calculado para fornecer amoníaco suficiente para assegurar a reacção química máxima mais uma pequena margem para permitir a perda de amoníaco que não reage. A relação molar entre a entrada de amoníaco e de fósforo na composição THP no tecido é pelo menos 1,2:1 e de preferência entre 1,7:1 e 2,2:1 (quando a composição THP é um condensado de sal de THP e de composto que contém azoto tal como ureia) ou pelo menos 1,7:1 e de preferência entre 2,2:1 e 2,7:1 (quando a composição THP é um sal de THP por si próprio ou um seu derivado parcialmente neutralizado).

Durante a fase inicial da cura, a utilização de amoníaco excede ligeiramente a caudal de alimentação de amoníaco e o tecido curado remove da câmara um excesso de amoníaco que não reagiu. A concentração de amoníaco, na câmara, baixa durante esta fase inicial, desde que o tempo de exposição e a concentração permaneçam suficientemente altas, isto não reduz a retenção de amoníaco pelo tecido. Calor e vapor são produzidos na reacção e a temperatura dentro da câmara sobe. A retenção de amoníaco pelo tecido baixa à medida que a temperatura sobe e a câmara atinge eventualmente uma condição de estado estacionário.

Sob condições de estado estacionário, a concentração de amoníaco e a temperatura da câmara permanecerão substancialmente constantes e a utilização de amoníaco compensará o caudal de alimentação de amoníaco. O caudal de alimentação de amoníaco seleccionado determina a utilização de amoníaco, que é independente da concentração do amoníaco.

A câmara de cura contém usualmente 1 a 20 m (p. ex. 10 a 20

m) de tecido movendo-se a uma velocidade de 5 a 100 m/min. (p. ex. 30 a 100 m/min e especialmente 50 a 80 m/min.). A câmara de cura contém tecido suficiente para dar um tempo de exposição de pelo menos 4 segundos e de preferência 10 segundos à velocidade do tecido necessária. O volume da câmara de cura será pelo menos 1,5 vezes o volume máximo de amoníaco a ser introduzido por minuto. O amoníaco gasoso fresco de preferência não é diluído mas pode ser diluído com até 30% em volume de ar ou vapor. O amoníaco gasoso que sai da conduta para dentro da câmara pode estar de 10 a 120°C mas é preferível a uma temperatura inferior a 100°C, p. ex. 10 a 30°C.

Após o tecido curado ter deixado o aparelho de cura, o tecido é de preferência tratado com um agente oxidante para converter pelo menos algum do fósforo trivalente na composição THP em fósforo pentavalente na resina curada, seguida de preferência pela neutralização com uma solução aquosa de uma base e pela lavagem com água. O agente de oxidação é de preferência um peróxido, tal como solução aquosa de peróxido de hidrogénio. Alternativamente, a oxidação pode ser efectuada com um gás contendo oxigénio molecular (de preferência ar) e particularmente pelo gás puxado ou soprado através do tecido. Assim, o tecido pode ser passado sobre uma ranhura ou tubo perfurado de vácuo, através do qual o gás oxidante é soprado ou sugado.

Uma concretização preferida de um aparelho de acordo com o presente invento será ilustrada, meramente a título de exemplo, na descrição seguinte e com referência ao desenho que a acompanha. No desenho, mostra-se esquematicamente uma secção vertical através do aparelho.

O aparelho tem uma câmara superior 1 e um compartimento inferior 2. Dentro da câmara 1 está um tubo para gás 3 tendo perfurações (não mostradas) e rolos, exemplificados em 4. A câmara 1 tem um tecto inclinado 5, no vértice do qual está um tubo exaustor 6 que vai da câmara 1 por um condensador (não indicado) e uma ventoinha exaustor 7 através da linha de retorno de gás 8 que volta de novo para a câmara. A câmara 1 tem uma chão

em forma de prato 9 com um canal anelar 10 ou em forma de circunferência contra a parede 11 da câmara 1. Em qualquer dos lados do chão 9 estão as ranhuras de entrada do tecido 12 e de saída 13, substancialmente seladas com abas de borracha 14. O ponto de amostragem de amoníaco 15 está localizado na parte superior da câmara 1.

Na parede 11 do compartimento inferior 2 há uma fenda para entrada do tecido 16 e uma fenda para saída do tecido 17, e perto da fenda de entrada 16 uma fenda para saída do gás 18 conduzindo a uma ventoinha exaustora 19. O compartimento 2 também contém rolos 4.

A câmara 1 também tem de preferência um ou mais painéis resseláveis (não indicados) que podem ser removidos para permitir acesso ao tubo de gás e rolos. Alternativamente, a câmara pode ser feita em duas partes, uma das quais pode ser removida para permitir acesso.

Quando em utilização o tecido impregnado entra no aparelho através da fenda 16, compartimento 2, fenda de entrada 12 e de lá para dentro da câmara 1. O tecido passa sobre o tubo de gás 3 e através das suas perfurações, o amoníaco sai através do tecido. O tecido passa então sobre os rolos 4 através da atmosfera de amoníaco e vapor e depois sai da câmara 1 pela fenda de saída 13 compartimento 2 e fenda de saída 17. O vapor de amoníaco é, se for desejado, sugado por uma ventoinha 7 para fora da câmara 1 através do tubo exaustor 6 e se for desejado a água é condensada por um condensador (não indicado) antes do gás retornar pela linha 8 e ser emitido para dentro da câmara 1; qualquer condensado sai por uma linha de condensados (não indicada).

O vapor condensa nas paredes 11 e é recolhido num canal 10 do qual é periodicamente drenado (por meios não indicados). Qualquer excesso de amoníaco, juntamente com o ar arrastado e o vapor de água residual, sai da câmara 1 através da entrada do tecido e ranhuras de saída 12 e 13 e, com qualquer ar e amoníaco arrastados do tecido que sai, são sugados para fora do



compartimento 2 através da fenda 18.

O processo do presente invento é ilustrado por meio dos seguintes Exemplos:

Exemplo 1

Um pré-condensado de cloreto de tetraquis(hidroximetil)-fosfónio (THPC) e ureia foi preparado, tendo uma razão molar de ureia para THPC de 0,5:1,0. O pré-condensado foi diluído com água para dar uma solução contendo o equivalente de 25% de ião THP⁺. Um brim de algodão branco, branqueado, pesando 280 g/m², foi embebido através desta solução para dar aproximadamente 80% de retenção de água. O tecido foi seco durante 1 minuto a 100°C. Foi então curado numa versão reduzida do aparelho contendo 1,2 metros de tecido com 0,45 m de largura, utilizando um caudal de entrada de amoníaco de 1,7:1 de amoníaco para fósforo e um tempo de exposição de 14,4 segundos. A concentração de amoníaco no aparelho foi ajustada para diferentes níveis antes da cura começar. O tecido curado foi lavado num lavador de vaivém numa solução fria de 55 g/l de peróxido de hidrogénio, depois em solução de 2 g/l de carbonato de sódio a 60°C e finalmente em água fria antes de secar.

São retiradas amostras após cura e após secagem final e analisadas quanto ao teor em fósforo e azoto. Os resultados são apresentados no Tabela 1 (abaixo).

TABELA 1

<u>Concentração de amoníaco %</u>	<u>Aumento N/P na cura</u>	<u>% P eficiência</u>
40	1,66	91,7
50	1,64	92,3
55	1,64	91,4
65	1,69	92,3
75	1,67	91,7

Exemplo 2

Trataram-se comprimentos de 5 metros de tecido brim conforme descrito no Exemplo 1 mas usando em vez de um banho contendo o equivalente de 22,5% de ião THP⁺, um tempo de exposição de 24 segundos, e uma concentração inicial de amoníaco de 80%. O caudal de entrada de amoníaco foi 1,7 para 1 ou 2,2 para 1 de amoníaco para fósforo. Com uma relação de entrada de 1,7:1, a concentração de amoníaco baixa para 69%, mas com uma entrada na relação de 2,2:1) a concentração de amoníaco permanece constante em 80%. As amostras foram tomadas a partir dos dois extremos de cada tecido e os resultados são apresentados na Tabela 2 (abaixo).

TABELA 2

<u>Relação</u>		<u>Aumento N/P</u>	
<u>amoníaco/P</u>	<u>Conc. amoníaco</u>	<u>na cura</u>	<u>% P eficiência</u>
1,7 Início	80	1,85	93,6
1,7 Fim	69@@	1,84	89,9
2,2 Início	80@@	1,85	91,9
2,2 Fim	80	1,83	93

Exemplo 3

Um pré-condensado conforme descrito no Exemplo 1 foi diluído para um teor em ião THP⁺ de 27,7 %. Embeberam-se 1000 metros de brim de algodão tingido, pesando 266 g/m² e 1,52 metros de largura através desta solução para dar uma retenção de 70,3%. O tecido foi seco numa râmola de quatro baias até cerca de 13% de humidade. Foi então curado num aparelho de cura (retendo 13 metros de tecido). Inicialmente a concentração de amoníaco foi 76%, a velocidade foi ajustada em 32 metros/minuto e o caudal de amoníaco a 2,2 NH₃/P. Durante esta fase a temperatura elevou-se para 60°C e a concentração de amoníaco baixou para 67% antes de subir para 69%.

A velocidade de processamento foi então aumentada para 39 metros/min. e o caudal relativo de amoníaco reduzido para 1,8 NH₃/P. A temperatura continuou a subir até 77°C e a concentração

de amoníaco baixou primeiro para 68% e depois subiu para 83%.

O tecido foi então lavado com peróxido de hidrogénio, carbonato de sódio anidro e água numa linha contínua de lavagem e seca.

Retiraram-se 13 amostras a intervalos regulares durante toda a operação. Todas as amostras reúnem os requisitos do BS 6249 Classe B, antes e depois de 50 lavagens a 93°C, conforme especificado em DIN 53920 cláusula 4.1. O teor médio em fósforo das amostras tratadas foi 2,92%, com um coeficiente de variação somente de 5,3%.

Exemplo 4

Trataram-se 1 000 metros de tecido brim conforme descrito no Exemplo 1, mas com um banho que contém 27,0% de ião THP⁺ e uma retenção de 74,2%. A cura começou com uma concentração de amoníaco de 68% e com uma velocidade de 40 metros/min. e um caudal de amoníaco de 1,8 NH₃/P. A temperatura subiu para 73°C e a concentração de amoníaco baixou para 36% antes de voltar a subir para 53%.

Retiraram-se 17 amostras durante toda a operação. Todas as amostras reúnem os requisitos do BS 6249 Classe B antes e depois de 50 lavagens a 93°C, conforme especificado em DIN 53920 cláusula 4.1. O teor médio em fósforo das amostras tratadas foi 2,67% com um coeficiente de variação somente de 3,3%.

Exemplo 5

Trataram-se 500 metros de pano de algodão para lençóis, branco, pesando 178 g/m² e com 1,52 metros de largura conforme descrito no Exemplo 4 mas com uma retenção de 92,9%. A cura foi conduzida imediatamente após o processo do Exemplo 4, de modo que as condições de partida eram concentração de amoníaco 53%, temperatura 73°C, velocidade de 40 metros/minuto e um caudal de amoníaco de 2,16 NH₃/P. A temperatura permanece constante em 73-74°C mas a concentração de amoníaco sobe para 82%.

Retiraram-se 10 amostras durante toda a operação. Todas as amostras reúnem os requisitos do BS 6249 Classe B, antes e depois de 50 lavagens a 93°C, conforme especificado em DIN 53920 cláusula 4.1. O teor médio em fósforo das amostras tratadas era 2,83% com um coeficiente de variação de somente 2,5%.

Exemplo 6

Trataram-se 1 000 metros de tecido brim conforme descrito no Exemplo 4 mas com arrefecimento dos gases recirculados. O banho continha 26,2% de ião THP⁺ e a retenção era de 84%. A concentração inicial de amoníaco era 82%, a velocidade de cura era 48 metros/minuto e o caudal de amoníaco era 1,7 NH₃/P. A temperatura sobe para 67°C e a concentração de amoníaco desce para 52% antes de subir para 55%.

Retiraram-se 8 amostras ao longo desta operação. Todas as amostras reúnem os requisitos de BS 6249 Classe B, antes e depois de 50 lavagens a 93°C, como especificado em DIN 53920 cláusula 4.1. O teor médio em fósforo das amostras tratadas foi 2,85% com um coeficiente de variação de somente 4,7%.

Exemplo 7

Trataram-se 3 500 metros de pano de algodão para lençóis estreito pesando 178 g/m² e 0,96 metros de largura conforme descrito no Exemplo 6 mas com um banho contendo 30,2% de ião THP⁺ e uma retenção de 68%. A concentração inicial de amoníaco era 78%, a velocidade de cura era 52 metros/min. e o caudal de amoníaco foi 2,1 NH₃/P. A temperatura sobe para 58°C e a concentração de amoníaco desce para 37% antes de subir para 43%.

Retiraram-se 11 amostras ao longo desta operação. Todas as amostras reúnem os requisitos de BS 6249 Classe B, antes e depois de 50 lavagens a 74°C, conforme especificado em BS 5651:1989 cláusula 6.5.3. As amostras lavadas foram também registadas como não inflamáveis quando testadas por BS 7175 Secção 3: inflamabilidade das colchas individuais quando usadas fontes de ignição 0,1 e 5. O teor médio em fósforo das amostras tratadas era 2,79% com um coeficiente de variação de 9,2%.

Exemplo 8

Trataram-se 9 000 metros de pano de algodão para lençóis estreito conforme descrito no Exemplo 7, mas com um banho contendo 21,7% de ião THP⁺ e uma retenção de 81%.

A cura foi efectuada em três lotes com uma velocidade de cura de 53 metros/min. e um caudal de amoníaco de 2,1 NH₃/P. Para todos os três lotes a temperatura subiu para um valor de equilíbrio de 58 à 60°C e a concentração de amoníaco desceu para dentro da zona de 45 a 50%.

Retiraram-se 13 amostras ao longo da operação. Todas as amostras reúnem os requisitos do BS 6249 Classe B, antes e depois de 3 lavagens a 74°C, conforme especificado em BS 5651:1989 cláusula 6.5.3. O teor médio em fósforo das amostras tratadas foi 2,54% com um coeficiente de variação de somente 3,8%.

R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1 - Aparelho para o tratamento retardador de chama de um tecido celulósico por sujeição do tecido à acção de um gás incluindo amoníaco caracterizado por compreender uma câmara (1), um ponto de entrada (12) e um de saída (13) para o tecido entrar e sair da câmara (1), pelo menos uma conduta (3) localizada dentro da câmara (1) e possuindo pelo menos um orifício o qual (ou a totalidade do qual) se prolonga a toda a largura do referido tecido, meios para movimentar o tecido em contacto com a conduta (3) e por cima do orifício; por possuir meios de reciclagem (6, 7, 8) para remover pelo menos algum do referido gás da referida câmara (1), meios de amostragem (15) para analisar o teor do gás em amoníaco, meios para medir a taxa de amoníaco alimentado à câmara (1) e meios para medir a temperatura dentro da câmara (1).

2 - Aparelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por cada ponto de entrada (12) e de saída (13) estar vedado de modo substancialmente estanque aos gases, p.e. por meio de juntas flexíveis ou abas flexíveis.

3 - Aparelho de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado por se proporcionarem meios para fechar qualquer porção do referido orifício que não esteja coberta pelo referido tecido.

4 - Aparelho de acordo com a reivindicação 1, 2 ou 3, caracterizado por se proporcionarem meios para manter o ângulo de contacto, entre o tecido e o orifício, inferior a 60 graus.

5 - Aparelho de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 4, caracterizado por possuir uma pluralidade de rolos (4) dentro da câmara (1), pelo que o tecido pode passar sobre os rolos (4) em modo de serpentina.

6 - Aparelho de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por a câmara (1) estar munida de um tecto inclinado (5), para evitar que o líquido condensado pingue para cima do tecido e com um canal circunferencial (10) para recolher

o líquido condensado.

7 - Aparelho de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por a câmara (1) estar montada sobre um elemento de base (2), que forma um compartimento inferior em relação à câmara (1) e que está em contacto relativamente estanque com a câmara (1).

8 - Processo para tratamento retardador de chama de um tecido celulósico caracterizado por compreender:

(i) impregnar o tecido com uma solução aquosa de uma composição de tetraquis(hidroxi-organo)fosfónio (THP) e se secar pelo menos parcialmente o tecido impregnado;

(ii) tratar o tecido impregnado com um gás incluindo amoníaco no aparelho de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7;

(iii) remover o tecido tratado do aparelho, juntamente com pelo menos algum gás contendo amoníaco, gás que é depois reconduzido ao aparelho no decurso do processo.

9 - Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por o tecido consistir essencialmente em fibras celulósicas, p.e. fibras de algodão natural, rami, linho ou fibras regeneradas.

10 - Processo de acordo com a reivindicação 8 ou 9, caracterizado por o tecido compreender fibras celulósicas e outras fibras co-misturáveis ou co-fiáveis com as mesmas por exemplo fibras de poliéster (tais como copolímeros de alquilenodiaminas e de ácidos alquileno-dicarboxílicos), fibras de poliamida, fibras de polilactama ou fibras de aramida.

11 - Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado por o tecido compreender até 30% em peso de fibras celulósicas e até 70% em peso de fibras de poliéster.

12 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 a 11, caracterizado por o tecido ser um tecido tecido ou um tecido compreendendo fios com núcleo.

13 - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 8 a 12, caracterizado por a composição de tetraquis(hidroxi-organo)-fosfónio (THP) conter um grupo hidroxiorgano de fórmula geral $\text{HOC}(\text{R}^1\text{R}^2)-$, onde R^1 e R^2 (que podem ser iguais ou diferentes) são cada um seleccionados de entre hidrogénio e grupos alquilo possuindo de 1 a 4 átomos de carbono (p.e. metilo ou etilo).

14 - Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado por a composição ser um sal de THP (tal como um cloreto ou um sulfato), uma mistura de um sal de THP e de um composto contendo azoto (tal como ureia, melamina ou uma melamina metilolada) ou um pré-condensado de sal de THP e de um composto contendo azoto.

15 - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 8 a 14, caracterizado por a concentração da composição de THP na solução de impregnação estar na gama de 5% a 50% (especialmente 15% a 25%) em peso de ião THP^+ .

16 - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 8 a 15, caracterizado por a concentração inicial de amoníaco no gás dentro da câmara estar na gama de 70% a 90%.

17 - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 8 a 16, caracterizado por a proporção de amoníaco para composição de THP ser de pelo menos 1,2:1 ($\text{NH}_3:\text{P}$), por exemplo 1,7 a 2,2:1 ($\text{NH}_3:\text{P}$), quando a composição de THP é uma mistura ou um pré-condensado de acordo com a reivindicação 14, e de 2,2 a 2,7:1 ($\text{NH}_3:\text{P}$) quando a composição de THP é o sal de THP de acordo com a reivindicação 14.

18 - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 8 a 17, caracterizado por, após ser removido do aparelho, o tecido ser tratado com um agente oxidante, tal como uma solução aquosa de peróxido de hidrogénio ou como um gás contendo oxigénio molecular.

19 - Processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado por, após a oxidação, o tecido ser neutralizado com uma

72 989

PF704/PT

Proban Cure Unit

-21-

solução aquosa de uma base, tal como carbonato de sódio.

20 - Processo de acordo com a reivindicação 19, caracterizado por, após a neutralização, o tecido ser lavado com água e seco.

Lisboa, 29 JUN 1991

Por ALBRIGHT & WILSON LIMITED

=O AGENTE OFICIAL=

O ADJUNTO
Antonio Tisserand

