

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2460-91**

(22) Přihlášeno: **08. 08. 91**

(30) Právo přednosti:
10. 08. 90 GB 90/17537

(40) Zveřejněno: **19. 02. 92**
(Věstník č. 2/92)

(47) Uděleno: **16. 04. 98**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **17. 06. 98**
(Věstník č. 6/98)

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:

D 06 B 23/16

D 06 B 19/00

D 06 B 3/12

D 06 B 3/10

(73) Majitel patentu:

ALBRIGHT AND WILSON LIMITED,
Warley-West Midlands, GB;

(72) Původce vynálezu:

Cole Robert, Sedgely-Dudley, GB;

(74) Zástupce:

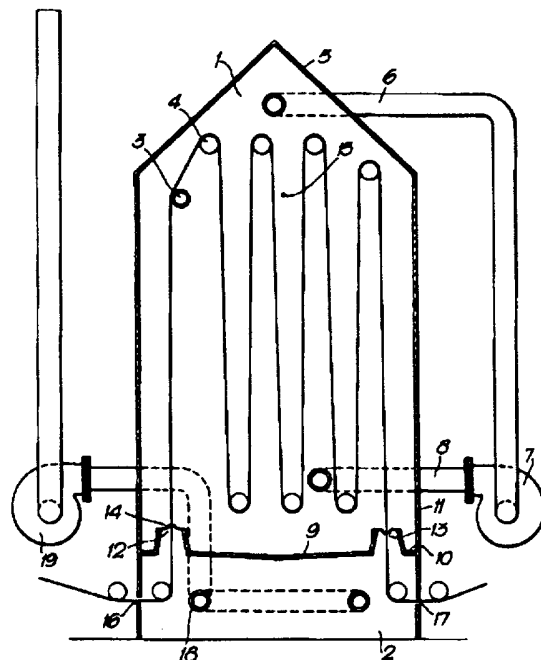
Všetečka Miloš JUDr. advokát, Žitná 25,
Praha 1, 11504;

(54) Název vynálezu:

**Způsob zpracování celulóзовých
textilních materiálů na textilní materiály
odolné vůči hoření a zařízení k provádění
tohoto způsobu**

(57) Anotace:

Způsob zpracování celulóзовých textilních materiálů na textilní materiály odolné vůči hoření, zahrnující (i) impregnování materiálu vodným roztokem tetra-kis(hydroxyorgano)fosfonitové (THP) sloučeniny, přičemž tento vodný roztok obsahuje 5 % až 50 % hmotnostních THP iontů, a přinejmenším částečné sušení tohoto impregnovaného materiálu, (ii) zpracovávání tohoto impregnovaného materiálu plynem obsahujícím amoniak v zařízení s komorou, kde počáteční koncentrace amoniaku v uvedeném plynu je v rozmezí od 70 % do 90 % a poměr amoniaku v plynu k THP kompozici je přinejmenším 1,2 : 1, (iii) odvádění takto zpracovaného materiálu ze zařízení společně s přinejmenším určitým podílem plynu obsahujícím amoniak, přičemž je tento plyn recyklován zpět do zařízení během provádění tohoto postupu. Do rozsahu řešení rovněž náleží zařízení k provádění tohoto postupu.



Způsob zpracování celulóзовých textilních materiálů na textilní materiály odolné vůči hoření a zařízení k provádění tohoto způsobu

5 Oblast techniky

Vynález se týká způsobu zpracování celulóзовých textilních materiálů na textilní materiály odolné vůči hoření a zařízení, kterého se používá k provádění tohoto postupu.

10

Dosavadní stav techniky

V obvyklém provedení podle dosavadního stavu techniky se celulóзовé textilní materiály převádí na látky odolné vůči hoření tak, že se impregnují vodným roztokem tetrakis(hydroxyorgano) fosfoniovou směsí, resp. prostředkem (v dalším bude uváděna zkratka THP kompozice). Touto uvedenou THP směsí může být THP sůl, částečně zneutralizovaný derivát této sloučeniny nebo kondenzát se sloučeninou obsahující dusík, jako je například močovina. Po impregnování této celulóзовé látky THP-kompozicí potom následuje sušení a vytvrzování tohoto materiálu plynným amoniakem, čímž se získá vytvrzený, ve vodě nerozpustný polymer, který je spojen s textilií. Tento plynný amoniak je možno zavádět přímo do komory, kterou se vede textilní materiál, nebo se ve výhodném provedení tohoto postupu nuceně usměřňuje proud plynného amoniaku na zpracovávanou látku a nechává se procházet touto látkou, což se provádí uvnitř uvedené komory.

V předchozích patentech Velké Británie č. A-1439608 a A-1439609, kde přihlašovatelé jsou stejní jako u uvedeného vynálezu, je popisováno výhodné provedení zařízení, které je používáno k těmto účelům, přičemž toto zařízení sestává z uzavřené komory, která má utěsněný vstup a výstup pro přivádění a odvádění zpracovávané textilie, dále je v uvedené komoře uspořádán průchod, který má jeden nebo několik otvorů, kterými se vede plynný amoniak, přičemž tento plynný amoniak se nuceně usměřňuje na zpracovávaný materiál a vede se tímto materiálem, který se vede podél těchto otvorů, a dále má tato komora upravené prostředky k zabránění skapávání zkondenzované vody na zpracovávanou textilií.

Tato zařízení podle dosavadního stavu techniky mají několik nevýhod, zejména je třeba uvést, že nejsou schopna zajistit dostatečný stupeň vytvrzení zpracovávané textilie při provozních rychlostech, které leží nad asi 20 metrů/minutu; stupeň vytvrzení je někdy nižší než požadovaná vhodná úroveň vytvrzení, takže v těchto případech je někdy nutné provádět opětné zpracovávání této textilie, a dále v důsledku používání velkých objemů amoniaku dochází ke ztrátám tohoto plynného amoniaku do okolní atmosféry a současně ke znečišťování životního prostředí.

40

Podstata vynálezu

Podstata postupu zpracování celulóзовých textilních materiálů na textilní materiály odolné vůči hoření, spočívá podle vynálezu v tom, že zahrnuje následující stupně:

(i) impregnování materiálu vodným roztokem tetrakis(hydroxyorgano)fosfoniové (THP) sloučeniny, přičemž tento vodný roztok obsahuje 5 % až 50 % hmotnostních THP iontů, zejména 15 % až 25 % hmotnostních těchto iontů, a přinejmenším částečné sušení tohoto impregnovaného materiálu,

50

(ii) zpracovávání tohoto impregnovaného materiálu plynem obsahujícím amoniak v zařízení s komorou, kde počáteční koncentrace amoniaku v uvedeném plynu je v rozmezí od 70 % do 90 % a poměr amoniaku v plynu k THP kompozici je přinejmenším 1,2:1,

(iii) odvádění takto zpracovaného materiálu ze zařízení společně s přinejmenším určitým podílem plynu obsahujícím amoniak, přičemž je tento plyn recyklován zpět do zařízení během provádění tohoto postupu.

- 5 Ve výhodném provedení tohoto postupu zpracováváný materiál sestává v podstatě z celulóзовých vláken, jako je přírodní bavlna, ramie, lněná vlákna a regenerovaná vlákna, podle ještě výhodnějšího provedení textilní materiál obsahuje celulóзовá vlákna a další vlákna smíchatelná nebo spřádatelná s těmito celulóзовými vlákny, jako polyesterová vlákna, jako jsou
- 10 kopolymery alkyldiaminů a alkyldikarboxylových kyselin, polyamidová vlákna, poly-laktamová vlákna a aramidová vlákna.

Takto zpracováváný textilní materiál obsahuje výhodně až 30 % hmotnostních celulóзовých vláken a odpovídající podíl až 70 % hmotnostních polyesterových vláken. Tímto textilním materiálem je výhodně celulóзовý textilní materiál nebo tento textilní materiál obsahuje

15 opředenou jádrovou přízi.

Výše uvedená tetrakis(hydroxyorgano)fosfoniová kompozice výhodně obsahuje hydroxyorgano skupiny obecného vzorce :



ve kterém R^1 a R^2 , které mohou být stejné nebo rozdílné, představují každý substituent vybraný ze skupiny zahrnující atom vodíku a alkylové skupiny obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, jako je

25 methylová skupina nebo ethylová skupina.

Touto THP kompozicí může být ve výhodném provedení THP sůl, jako je chlorid nebo sulfát, částečně neutralizovaný derivát THP soli, směs THP soli a sloučeniny obsahující dusík, jako je

30 močovina, melamin nebo methylovaný melamin, nebo předkondenzát THP soli a sloučeniny obsahující dusík. Výhodně je poměr amoniaku k THP kompozici v rozmezí od 1,7 do 2,2:1, vyjádřeno jako $\text{NH}_3:\text{P}$, jestliže je touto kompozicí směs nebo předkondenzát THP soli a sloučeniny obsahující dusík, a v rozmezí od 2,2 až 2,7:1, vyjádřeno jako $\text{NH}_3:\text{P}$, jestliže je touto THP kompozicí THP sůl.

Ve výhodném provedení tohoto postupu se po odvedení ze zařízení textilní materiál zpracovává

35 oxidačním činidlem, jako je například vodný roztok peroxidu vodíku nebo plyn obsahující molekulární kyslík. Po této oxidaci se výhodně textilní materiál neutralizuje vodným roztokem báze látky, jako je uhličitán sodný. Podle dalšího výhodného provedení se po neutralizování textilního materiálu tento textilní materiál promyje vodou a usuší.

Do rozsahu předmětného vynálezu rovněž náleží zařízení k provádění tohoto postupu jehož

40 podstata spočívá v tom, že je tvořeno komorou s místem pro přívod textilního materiálu a místem pro odvádění textilního materiálu z komory, utěsněnými ve spojení s komorou plynotěsným způsobem, přičemž dále má zařízení přinejmenším jednu trubici umístěnou uvnitř komory, která má přinejmenším jeden otvor, který je situován nebo které jsou rozmístěny, podél celé šířky

45 zpracováváného textilního materiálu, prostředky k uzavření veškerých částí uvedených otvorů nezakrytých tímto materiálem a dále prostředky k vedení textilního materiálu do kontaktu s trubicí a podél uvedeného otvoru, a dále prostředky pro recyklování plynu k odvedení přinejmenším podílu uvedeného plynného amoniaku z uvedené komory a ke vracení tohoto plynu do této komory, a prostředky pro analyzování obsahu amoniaku v plynu, prostředky pro měření

50 množství amoniaku přiváděného do komory a prostředky pro měření teploty uvnitř komory.

Podle uvedeného vynálezu byl tedy vyvinut postup a zařízení, při jejichž použití je možno zpracovávat textilní materiály na materiály odolné vůči hoření při vyšších provozních rychlostech, dále je možno v tomto zařízení dosáhnout odpovídající vysoké úrovně vytvrzení

dané textilie, přičemž dosahování této vysoké úrovně vytvrzení není náchylné a citlivé na změny v souvislosti se změnami provozních parametrů, jako je například rychlost vedení textilie, obsah vlhkosti ve zpracovávané textilii, koncentrace amoniaku a teplota vytvrzování, a dále se v tomto zařízení podle vynálezu dosahuje optimálního využití přítomného objemu amoniaku při dosažení požadovaného vytvrzení, takže množství použitého plynného amoniaku je značně menší než je tomu v zařízeních podle dosavadního stavu techniky a rovněž je značně minimalizováno znečištění životního prostředí.

Zařízení na zpracovávání celulózového textilního materiálu na materiál odolný vůči hoření podle uvedeného vynálezu, při kterém se podrobí tento materiál působení plynu obsahujícímu amoniak, sestává z komory, která má vstupní část a výstupní část pro přivádění a odvádění tohoto materiálu do uvedeného zařízení a z tohoto zařízení, přičemž uvnitř uvedené komory je uspořádán přinejmenším jeden průchod. Tento průchod má v nejmenším jeden otvor nebo všechny tyto otvory uspořádané podél celé šířky zpracovávaného materiálu, dále má toto zařízení prostředky pro vedení zpracovávaného materiálu tak, že dochází ke kontaktu zpracovávaného materiálu se zpracovávacím plynem přiváděným tímto průchodem, přičemž se tento materiál pohybuje nad tímto otvorem nebo otvory, a dále má toto zařízení prostředky pro měření množství amoniaku zaváděného do této komory, prostředky pro recyklování upravené k odvádění přinejmenším podílu uvedeného plynu z komory a k opětovnému zavádění plynu do této komory, prostředky pro analyzování obsahu amoniaku v tomto plynu a prostředky pro měření teploty uvnitř komory.

Při provádění postupu podle vynálezu se celulózový materiál zpracovává na materiál odolný vůči hoření, přičemž se impregnuje vodným roztokem tetrakis(hydroxy-organo)fosfoniového prostředku (THP-kompozice), potom následuje přinejmenším částečné sušení takto získané impregnované textilie a potom zpracovávání této textilie plynem obsahujícím amoniak v uvedeném zařízení, přičemž se takto zpracovaná textilie vede tímto výše uvedeným zařízením a z tohoto zařízení, a přinejmenším část tohoto plynu se odvádí a potom se recykluje zpět do tohoto zařízení.

Při provádění postupu podle vynálezu se získá textilní materiál odolný vůči hoření.

Podstatným znakem postupu podle uvedeného vynálezu je to, že přiváděné množství amoniaku vzhledem k množství textilního materiálu, které je přiváděno ke zpracovávání, je možno přesně kontrolovat, a dále to, že komora, ve které probíhá vytvrzovací proces, je předběžně naplněna amoniakem, čímž se vytváří zásoba amoniaku a umožní se tím mírné kolísání ve využití amoniaku vzhledem k přiváděnému amoniaku. Za těchto uvedených podmínek teplota v komoře postupně stoupá a koncentrace amoniaku v této komoře postupně klesá dokud oba tyto parametry nedosáhnou podmínek rovnovážného stavu. V okamžiku, kdy se dosáhne tohoto rovnovážného stavu je využití amoniaku v rovnováze s přiváděným množstvím amoniaku, které bylo upraveno tak, aby bylo dosažena úplná polymerizace THP sloučeniny s minimálním množstvím potřebného přiváděného nezreagovaného amoniaku.

Při provádění postupu podle vynálezu není podstatné kontrolovat přesnou koncentraci amoniaku nebo teplotu v komoře za podmínek rovnovážného stavu. Vzhledem k tomu, že se vždy vychází od nižších teplot a používá se vyšších koncentrací amoniaku, se zajistí rovnovážného stavu při dosažení stabilní rovnováhy, což je důležité k tomu, aby vytvrzení bylo úplné, i když tyto podmínky znamenají, že se odvádí z procesu určité množství přebytkového amoniaku.

Jak místo přivádění textilního materiálu do uvedeného zařízení tak i místo odvádění tohoto zpracovávaného materiálu ze zařízení je ve výhodném provedení podle vynálezu utěsněno, a sice v podstatě plynotěsným způsobem, což se provádí za pomoci ohebných těsnění (například gumových) nebo klapek. V komoře je uspořádán přinejmenším jeden průchod pro přivádění plynného amoniaku do komory, přičemž tento průchod má přinejmenším jeden otvor nebo

perforaci, prostřednictvím kterých plynný amoniak proudí do atmosféry uvnitř komory, přičemž současně se zpracováváný materiál pohybuje nad tímto otvorem nebo perforací. Každá tato perforace může mít kruhový, čtvercový, obdélníkový nebo eliptický tvar a může mít například podobu řady otvorů nebo se může jednat o jedinou šěrbinu. Ve výhodném provedení podle
 5 uvedeného vynálezu jsou uvedené otvory uspořádaný v podstatě napříč celé šířky zpracováváného textilního materiálu, přičemž v podstatě veškerý amoniak proudí tímto zpracováváným materiálem.

Aby tímto postupem bylo možno zpracovávat textilní materiály o různých šířkách je výhodné mít
 10 k dispozici vhodné desky nebo krycí díly, kterými se uzavřou nebo přikryjí ty části sady otvorů, které nejsou pokryty užšími materiály. Komora může mít jeden až čtyři průchody, přičemž každý z těchto průchodů může obsahovat jeden nebo více otvorů, ze kterých se přivádí amoniak směrem na zpracováváný materiál a tímto materiálem. Ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu jsou v tomto zařízení upraveny takové prostředky, které zajišťují udržování úhlu
 15 kontaktu mezi zpracováváným materiálem a otvorem přinejmenším 60°. I když průchod nebo průchody mohou být uspořádaný kdekoliv v komoře je tento průchod nebo průchody ve výhodném provedení podle vynálezu uspořádaný v takovém místě, aby byl amoniak usměrněn procházet na zpracováváný materiál krátce poté, co byl přiveden do komory. Současně s tím, jak je prováděno zpracovávání materiálu amoniakem, který je nasměrován do zpracováváného materiálu a tímto materiálem v místě průchodu, se ve výhodném provedení podle vynálezu tento
 20 materiál rovněž vede atmosférou plynného amoniaku a vodní páry, která je přítomna v komoře. Tato komora je ve výhodném provedení podle vynálezu vybavena řadou válců, které mohou být poháněny nebo mohou mít volný chod, takže je možno tento zpracováváný materiál vést serpentínovým uspořádáním přes uvedené válce. Po protažení zpracováváného materiálu
 25 atmosférou v komoře se vytvrzený zpracovaný materiál odvádí z komory ve výstupním místě.

Textilní zpracováváný materiál, který vstupuje do komory obvykle obsahuje určitý podíl vlhkosti, přičemž při provádění vytvrzování se při této reakci rovněž produkuje určité množství vody jako vedlejšího produktu reakce, a tento podíl vody společně s podílem vody přiváděné se
 30 zpracováváným materiálem se odpaří v komoře jako vodní pára v důsledku tepla vyvinutého v průběhu vytvrzovací reakce. Koncentrace páry v komoře se ve výhodném provedení podle vynálezu udržuje na minimální hodnotě, přičemž tohoto stavu je možno dosáhnout tak, že se umožní kondenzace této vodní páry na vnitřních stěnách uvedené komory, což je ve výhodném provedení podle vynálezu spojeno s použitím prostředků zabraňujících skapávání zkondenzované
 35 vody na zpracováváný materiál. Tyto prostředky zabraňující skapávání zkondenzované vody na zpracováváný materiál mohou představovat šikmo skloněnou klenbu komory společně s prostředky pro shromažďování zkondenzované vody ve spodní části komory tak, aby nedocházelo ke kontaktu této zkondenzované vody se zpracováváným materiálem, jako je například obvodový žlábek nebo odtah. Tato zkondenzovaná voda může být shromažďována
 40 v komoře, ale ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu se kontinuálně odvádí z této komory. Plyny přítomné v komoře, které jsou tvořeny amoniakem a vodní parou, mohou být odváděny mimo tuto komoru za pomoci odtahového potrubí a v následné fázi mohou být tyto plyny přiváděny zpět do této komory v místě odlehleém od místa, do kterého je zaústěno odtahové potrubí, ve výhodném provedení podle vynálezu v místě spodního prostoru komory.

Vrácení tohoto plynu může být provedeno zavedením do perforovaného průchodu, nad kterým se vede zpracováváný materiál, ovšem ve výhodném provedení podle vynálezu se vrácení tohoto plynu provádí za vedením do perforované trubky, ze které vystupuje tento plyn do atmosféry v komoře. Ve výhodném provedení podle vynálezu je uvedené odtahové potrubí umístěno
 50 v komoře v místě poblíž jednoho nebo více průchodů, ve kterých jsou uspořádaný otvory, kterými proudí čerstvý amoniak do zpracováváného materiálu a tímto materiálem, neboť toto je místo, ve kterém se vyvíjí maximum tepla a páry.

Průchod pro přivádění amoniaku a odtahové potrubí jsou ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu oba umístěny v horní části komory, zatímco recyklové potrubí je ve výhodném provedení podle vynálezu umístěno ve spodní části této komory. V alternativním provedení zařízení podle vynálezu mohou být průchod pro přivádění amoniaku nebo odtahové potrubí umístěny ve spodní části této komory. Systém pro odtahování plynů z komory a pro recyklování těchto plynů zpět do komory může být spojen s prostředky pro kondenzování vody v komoře, přičemž kromě tohoto řešení (neboli v alternativním provedení) mohou být odtahové plyny vedeny do chladicího zařízení za účelem snížení obsahu vody v těchto plynech před jejich recyklováním zpět do komory. Plyn, který se zpětně vrací do uvedené komory může mít přibližně stejnou teplotu jako plyn, který je odváděn prostřednictvím odtahového potrubí z této komory, ovšem ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu je tento plyn studenější. V případě, že jsou odtahované plyny chlazeny externě, to znamená vně uvedeného zařízení, potom je komora vybavena ohřívacím pláštěm za účelem snížení kondenzace v komoře.

Ke zvýšení kondenzovaného podílu na stěnách komory je možno rovněž použít chladicího pláště, přičemž při tomto řešení se sníží nebo eliminuje potřeba vnějších kondenzačních prostředků. Ovšem i v tomto provedení se používá odtahového potrubí a potrubí pro zpětné přivádění plynu, neboli recyklového systému pro vedení amoniaku, přičemž účelem použití tohoto recyklového systému je dosáhnout rovnoměrnější koncentrace amoniaku uvnitř komory. Zařízení podle uvedeného vynálezu rovněž obsahuje prostředky pro odebrání části atmosféry z vnitřku komory, přičemž na základě analýzy těchto odebraných vzorků se provádí vhodná úprava nastříkovaného množství do komory a tím se udržuje rovnovážná stabilní koncentrace amoniaku uvnitř této komory.

Uvedená komora je ve výhodném provedení podle vynálezu uložena na základně, která vytváří spodní komoru, přičemž tato spodní komora je spojena s vlastní komorou místem pro přivádění zpracovávaného textilního materiálu a místem pro odvádění tohoto materiálu a v těchto místech jsou obě komory v plynotěsném kontaktu. V této spodní komoře jsou rovněž vytvořena místa pro přivádění zpracovávaného materiálu do zařízení a pro odvádění tohoto materiálu ze zařízení a rovněž komora pro vnější odtahování plynů, která je ve výhodném provedení pod sníženým tlakem, což se dosahuje spojením s vnějším odtahovým ventilátorem.

Při použití zařízení se předem zpracováváný celulózový textilní materiál nejprve impregnuje tetrakis(hydroxyorgano)fosfoniovou směsí. Tímto termínem celulózový textilní materiál se výhodně míní materiál, který je celý z celulózového materiálu, ale rovněž může znamenat směs celulózových vláken a jiných navzájem smíchatelných vláken nebo spřádatelných vláken. Těmito necelulózovými vlákny se ve výhodném provedení míní polyesterová vlákna nebo polyamidová vlákna, ale může být rovněž použito akrylových vláken (zejména modakrylových vláken). Tato polyamidová vlákna mohou být alifatická, jako jsou například kopolymery alkylendiaminů a alkylendikarboxylových kyselin (jako je například nylon 66) nebo polylaktamů (jako je například nylon 6) nebo se může jednat o aromatická vlákna, jako jsou například aramidová vlákna, na bázi aromatických dikarboxylových kyselin a fenylendiaminů.

Tato zpracováváný materiál může obsahovat přinejmenším 30 % celulózových vláken a až 70 % smíchatelných vláken (jako je například 10 % až 70 % a zejména 25 % až 60 % směsných vláken), přičemž těmito směsnými vlákny jsou například polyamidová vlákna. Zejména důležité, jsou směsné materiály, které obsahují celulózová vlákna a polyesterová vlákna. Tyto směsné materiály ve výhodném provedení obsahují až 70 % polyesterových vláken (jako je například až 60 % polyesterových vláken) a od 30 % celulózových vláken, jako je například od 40 % celulózových vláken a více. Příkladem jsou směsné materiály obsahující 1 % až 70 % nebo 1 % až 60 % polyesterových vláken, jako například 15 % až 60 %, zejména 22 % až 38 % nebo 38 % až 60 % těchto vláken, a 30 % až 99 % celulózových vláken nebo 40 % až 99 % těchto vláken, jako je například 40 % až 85 %, zejména 62 % až 78 % nebo 40 % až 62 % celulózových vláken.

Ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu se používají ke zpracovávání směsné materiály, které obsahují 40 % až 78 % celulóзовých vláken a 22 % až 60 % polyesterových vláken nebo 30 % až 62 % celulóзовých vláken a 38 % až 70 % polyesterových vláken. Těmito celulóзовými vlákny se miní ve výhodném provedení podle vynálezu přírodní bavlněná vlákna, ovšem je možno rovněž použít vlákna ramie, lnu nebo regenerovaná vlákna, jako jsou například viskozová vlákna nebo kupramoniová vlákna. Tímto polyesterovým materiálem může být kondenzační produkt obsahující strukturní jednotky odvozené od alifatického alkoholu (jako je například dvojsytný alkohol, jako je například ethylenglykol) a aromatické dikarboxylové kyseliny (jako je například tereftalová kyselina).

Tímto uvedeným zpracovávaným textilním materiálem může být netkaný textilní materiál, ovšem ve výhodném provedení podle vynálezu se používá tkaný materiál. Celulóзовá vlákna ve směsi s dalšími vlákny mohou být ve formě dokonalé směsi nebo nedokonalé směsi, ovšem ve výhodném provedení jsou tato vlákna ve formě směsi celulóзовých vláken a dalších jiných vláken (jako jsou například polyesterová vlákna), jako je tomu u současně spřádané směsi jako je například stříž bavlna/polyester. V alternativním provedení mohou být tato vlákna ve formě příze navíjené na jádro (tak zvaná jádrová příze), přičemž toto jádro je například polyesterové vlákno, které je obalené bavlněným vláknem. U těchto materiálů je ve výhodném provedení vlákno osnovy a vlákno útku stejné, ovšem může být taky různé, jako například jedno vlákno může být bavlněné vlákno a druhé vlákno je polyester/bavlna. V popisu uvedeného vynálezu se směsným materiálem rovněž miní textilní materiály ze dvou nebo více materiálů a směsi těchto materiálů, a rovněž tak se tímto termínem miní vlákna navíjená na vlákno představující jádro. Uvedeným zpracovávaným materiálem je ve výhodném provedení textilní materiál o hmotnosti v rozmezí od 100 do 1000 g/m², jako například materiál o hmotnosti v rozmezí od 150 do 400 g/m², přičemž tímto materiálem může být například bavlněný polyesterový materiál na košile nebo prostěradlovina nebo se může jednat o materiál na záclony.

Ve výše uvedené tetrakis(hydroxyorgano)fosfoniové sloučenině je ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu každou hydroxyorgano-skupinou alfa-hydroxyorgano-skupina, která obsahuje 1 až 9 atomů uhlíků, zejména je to skupina obecného vzorce



ve kterém substituenty R¹ a R², které mohou být stejné nebo rozdílné představují atom vodíku nebo alkylovou skupinu obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, jako je například methylová skupina nebo ethylová skupina. Ve výhodném provedení podle vynálezu je uvedeným substituentem R¹ vodík a zejména je výhodné jestliže oba uvedené substituenty R¹ a R² představují atom vodíku, jako jsou například tetrakis(hydroxymethyl)-fosfoniové sloučeniny.

Obecné použití těchto uvedených tetrakis(hydroxyorgano)fosfoniových sloučenin bude v dalším popisu ilustrováno konkrétně za pomoci tetrakis(hydroxymethyl)fosfoniových sloučenin, (THP-sloučeniny), ovšem předpokládá se jako samozřejmé, že je rovněž možno použít odpovídajících molárních množství jiných tetrakis(hydroxyorgano)fosfoniových sloučenin.

Ve výhodném provedení, podle uvedeného vynálezu je uvedenou THP-kompozicí THP-sůl smíchaná se sloučeninou obsahující dusík, která je zkondenzovatelná s touto uvedenou THP-solí, jako je například melamin, methylovaný melamin nebo močovina, nebo to může být předkondenzát uvedené THP-soli a uvedené sloučeniny obsahující dusík, nebo to může být THP-sůl, nebo alespoň přinejmenším částečně zneutralizovaná THP-sůl, jako je například THP-hydroxid, s uvedenou sloučeninou obsahující dusík nebo bez této sloučeniny.

Ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu je touto THP-kompozicí předkondenzát THP-soli (jako je například THP-chlorid nebo THP-sulfát) a močoviny v molárním poměru močoviny k THP-sloučenině v rozmezí od 0,05 do 0,8:1, jako je například poměr 0,05 až 0,6:1,

například poměr 0,05 až 0,35:1 nebo 0,35 až 0,6:1, a tento prostředek je ve formě vodného roztoku, obvykle s hodnotou pH v rozmezí od 4 do 6,5, jako například od 4 do 5.

- 5 Koncentrace uvedené organofosforové sloučeniny ve vodném impregnačním roztoku se může pohybovat v rozmezí od 5 % do 50 % hmotnostních (vyjádřeno jako hmotnost THP^+ iontu), jako například v rozmezí od 15 % do 35 % hmotnostních, zejména v rozmezí od 15 % hmotnostních do 25 % hmotnostních. V případě potřeby může tento roztok obsahovat smáčecí činidlo, jako je například neionogenní nebo aniontové smáčecí činidlo.
- 10 Při provádění postupu podle uvedeného vynálezu se zpracováváný materiál impregnuje THP-roztokem, přičemž potom se tento materiál stlačí tak, aby množství zachycené vlhkosti se pohybovalo od 30 % do 130 %, jako například v rozmezí od 60 % do 100 % (vztaheno na původní hmotnost zpracováváného materiálu). Ve zpracovaném materiálu po impregnování je obvykle zachyceno méně než 40 % hmotnostních organofosforové sloučeniny, jako například
- 15 10 % až 30 % hmotnostních (například 15 % až 30 % a zejména 15 % až 25 % hmotnostních ve formě THP^+ iontu), vztaheno na původní hmotnost zpracováváného materiálu.

- 20 Takto získaný impregnovaný celulózový materiál se potom suší, například na obsah vlhkosti v rozmezí od 0 % do 20 %, jako je například 5 % do 15 %, jako například asi 10 %, přičemž uvedený procentuální podíl se vypočítá z přírůstku hmotnosti zpracováváného materiálu a z hmotnosti impregnovaných chemických sloučenin. Toto sušení se provádí v peci s napínacím rámem nebo v peci s vyhřívacím bubnem, jako je například parní buben, přičemž v této peci je možno použít zahřívání materiálu na teploty v rozmezí od 80 do 120 °C po dobu 10 minut až 1 minuty.

- 25 Takto získaný vysušený textilní materiál se potom zavádí do zařízení podle uvedeného vynálezu, kde se podrobuje vytvrzování za použití amoniaku. Ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu se tento materiál zavádí do spodní komory v místě vstupu zpracováváného materiálu do této komory, potom se vede touto spodní komorou a nakonec se odvádí do vlastní komory prostřednictvím místa vstupu zpracováváného materiálu do této komory. Tento materiál se potom
- 30 vede nad otvory, kterými se přivádí amoniak, vytvořenými v uvedeném průchodu pro přívod amoniaku, a tento amoniak se nuceně vede na tento materiál s směrem skrz tímto materiálem.

- 35 V následné fázi se potom tento zpracováváný materiál vede atmosférou obsahující amoniak a vodní páru, která je vytvořena v dané komoře, a potom opouští tuto komoru prostřednictvím místa pro odvádění zpracováváného materiálu z této komory a potom spodní komorou (v případě, že je tato spodní komora použita) a ze zařízení vystupuje z místa výstupu pro odvádění zpracovaného materiálu ze spodní komory.

- 40 Na počátku zahájení postupu se uvedená komora naplní amoniakem, který vytlačí z této komory vzduch prostřednictvím míst pro přívod zpracováváného materiálu do této komory a pro odvádění tohoto materiálu z této komory a rovněž prostřednictvím přídavných odtahů v základně uvedené komory, které mohou být upraveny pro tento účel, což se provádí tak dlouho, dokud koncentrace amoniaku není přinejmenším 40 % objemových (což se stanoví za pomoci
- 45 odběrového místa a připojeného analyzátoru). Počáteční koncentrace amoniaku na začátku procesu je ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu upravena na vysokou úroveň (například 70 % až 90 %) za účelem vytvoření určité zásoby amoniaku, která je použita ke kompenzování spotřeby amoniaku ve vyšším měřítku během počáteční zahřívací periody.

- 50 Takto připravený zpracovaný celulózový materiál se potom vede uvedenou komorou, přičemž přiváděné množství amoniaku se vypočte takovým způsobem, aby v komoře bylo zajištěno dostatečné množství amoniaku k provedení chemické reakce do maximálního možného stupně a k tomuto množství je nutno ještě přičíst určité přebytkové množství, které je počítáno na ztráty nezreagovaného amoniaku. Vzájemný molární poměr mezi přiváděným množstvím amoniaku

a fosforu v THP-kompozici ve zpracovaném materiálu se pohybuje přinejmenším od hodnoty 1,2:1, k hodnotám vyšším ve výhodném provedení je tento poměr v rozmezí od 1,7:1 do 2,2:1 (v případě, že uvedenou THP-kompozici, je kondenzát THP-soli a sloučeniny obsahující dusík, jako je například močovina) nebo je tento poměr přinejmenším 1,7:1 a ve výhodném provedení podle vynálezu se tento poměr pohybuje v rozmezí od 2,2:1 do 2,7:1 (v případě, že uvedenou THP-kompozici je THP-sůl jako taková nebo je to částečně zneutralizovaný derivát této sloučeniny).

Během provádění počátečního stupně vytvrzování je spotřeba amoniaku mírně vyšší než je množství přiváděného amoniaku a vytvrzený materiál vynáší z uvedené komory přebytečné množství nezreagovaného amoniaku. Znamená to tedy, že během provádění tohoto počátečního stupně koncentrace amoniaku v komoře klesá, ovšem za předpokladu, že doba, kdy se zpracováváný materiál vystaví účinku uvedené atmosféry, a koncentrace amoniaku zůstává dostatečně vysoká, neznamená to snížení množství amoniaku zachyceného na zpracovávaném materiálu. Během provádění uvedené reakce se vyvíjí teplo a pára, přičemž teplota uvnitř komory vzrůstá. Spotřeba amoniaku v důsledku reakce se zpracovávaným materiálem klesá se zvyšující se teplotou, přičemž se v komoře případně dosáhne rovnovážného stavu za stabilních podmínek.

Za podmínek rovnovážného stavu zůstávají koncentrace amoniaku a teplota v komoře v podstatě konstantní, přičemž spotřeba amoniaku je v rovnováze s přiváděným množstvím amoniaku. Zvolené přiváděné množství amoniaku určuje spotřebu amoniaku, což je nezávislé na koncentraci amoniaku.

V uvedené vytvrzovací komoře je obvykle přítomno 1 až 20 metrů (jako například 10 metrů až 20 metrů) zpracovávaného celulózového materiálu, který se pohybuje rychlostí v rozmezí od 5 do 100 metrů za minutu (jako je například rychlost v rozmezí od 30 do 100 metrů za minutu a zejména rychlost v rozmezí od 50 do 80 metrů za minutu).

Ve vytvrzovací komoře je přítomno dostatečné množství materiálu k tomu, aby bylo dosaženo doby kontaktu mezi zpracovávaným materiálem a atmosférou v komoře přinejmenším 4 sekundy a ve výhodném provedení vynálezu 10 sekund při požadované rychlosti zpracovávaného materiálu. Objem vytvrzovací komory představuje přinejmenším 1,5 násobek maximálního objemu amoniaku, který se přivádí do komory za minutu. Čerstvý plynný amoniak se ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu neředí, ovšem je možno jej ředit pomocí až 30 % objemových páry nebo vzduchu. Plynný amoniak, který proudí otvory vytvořenými v průchodu do komory má teplotu v rozmezí od 10 do 120 °C, ovšem ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu je teplota tohoto plynného amoniaku nižší než 100 °C, například v rozmezí od 10 do 30 °C.

Poté, co se takto získaný vytvrzený celulózový materiál odvede z výše uvedeného vytvrzovacího zařízení, se tento materiál ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu zpracovává oxidačním činidlem za účelem převedení přinejmenším určitého podílu trojmocného fosforu obsaženého v THP-kompozici na pětímocný fosfor ve vytvrzeném polymeru, přičemž potom ve výhodném provedení následuje neutralizace vodným roztokem zásadické látky a promývání takto zpracovaného materiálu vodou. Tímto výše uvedeným oxidačním činidlem je ve výhodném provedení podle uvedeného vynálezu peroxysloučenina, jako je například vodný roztok peroxidu vodíku. V alternativním provedení postupu podle uvedeného vynálezu může být tato oxidace provedena plynem obsahujícím molekulární kyslík (jako je například vzduch) a zejména je výhodné jestliže se tento plyn protahuje nebo profukuje tímto zpracovávaným materiálem. V tomto provedení se zpracováváný materiál vede přes vakuovou štěrbinu nebo perforovanou trubici, kterou se vede oxidační plyn a tento plyn je profukován nebo prosáván zpracovávaným materiálem.

Přehled obrázků na výkrese

5 Výhodné provedení zařízení podle uvedeného vynálezu je ilustrováno na připojeném výkrese, přičemž toto provedení je pouze příkladné. Zařízení podle tohoto obrázku bude v dalším podrobně popsáno. Vyobrazení představuje schematický vertikální průřez tímto zařízením.

10 Zařízení podle vynálezu tvoří komora 1, která má svoji spodní část 2. Uvnitř této komory 1 je uspořádána trubice 3 pro přívod plynu, která je perforovaná (není znázorněno), a dále jsou zde uspořádány válečky, přičemž vztahovou značkou 4 je zde označen jeden z těchto válečků. Tato komora 1 má dále šikmou skloněnou klenbu 5 (neboli střeovitou klenbu), přičemž v horním prostoru této skloněné klenby je umístěno odtahové potrubí 6, které je vyvedeno z této horní komory 1 do kondenzátoru (není znázorněn) a dále pokračuje do odtahového ventilátoru 7, 15 přičemž z tohoto odtahového ventilátoru je vyvedeno recyklové potrubí 8, které je zaústěno zpět do komory. Tato komora 1 má ve vnitřním prostoru vytvořeno miskovité patro 9 a prstencový nebo obvodový žlábek 10, který je vytvořen podél stěny 11 této komory 1. Na obou stranách miskovitého patra 9 jsou upraveny štěrby v přírodním místě 12 pro přivádění zpracovávaného materiálu do komory a v odváděcím místě 13 pro odvádění zpracovávaného materiálu z této 20 komory, přičemž tyto štěrby jsou v podstatě utěsněny gumovými klapkami 14. Štěrba 15 pro odebrání podílu amoniaku je umístěna v horní části komory 1.

25 Ve stěně 11 je ve spodní části 2 komory vytvořena štěrba 16 pro přivádění zpracovávaného materiálu do komory a štěrba 17 pro odvádění zpracovaného materiálu z komory, přičemž blízko štěrby 16 pro přivádění materiálu do komory je uspořádána štěrba 18 pro odvádění plynu, která je spojena s odtahovým ventilátorem 19. Ve spodní části 2 komory jsou rovněž uspořádány válečky 4.

30 Ve výhodném provedení podle vynálezu obsahuje komora 1 rovněž jeden nebo více utěsněných rozpojitelných panelů (nejsou znázorněny), které mohou být odstraněny, přičemž tímto způsobem se umožňuje přístup k trubici pro přívod plynu a k válečkům. V alternativním provedení může být komora vytvořena ze dvou částí, přičemž jedna tato část je odstranitelná, resp. odnímatelná, čímž se rovněž umožní přístup do vnitřního prostoru.

35 Při praktickém použití tohoto zařízení vstupuje impregnovaný zpracovávaný materiál do tohoto zařízení prostřednictvím štěrby 16, potom se vede do spodní části 2 komory, dále pokračuje do štěrby 12 pro zavádění materiálu do vlastní komory a potom se vede touto komorou 1. Takto zpracovaný materiál se vede přes trubici 3 pro přívod plynu, která je perforovaná a těmito otvory proudí amoniak za zpracovávaný materiál a tímto materiálem. Tento materiál se potom vede přes 40 systém válečků 4 atmosférou amoniaku a páry, která je vytvořena ve vnitřním prostoru této komory 1 a potom je tento materiál vyveden z této komory 1 prostřednictvím štěrby 13 do spodní části 2 komory a do štěrby 17 a tímto způsobem je zpracovaný materiál odváděn ze zařízení. Páry amoniaku jsou v případě potřeby odsávány z komory 1 za pomoci prostředků 6, 7, 8 pro recyklování, které zahrnují odtahové potrubí, odtahový ventilátor a recyklové potrubí, 45 v případě potřeby se voda ponechává zkondenzovat v kondenzátoru (není znázorněn) ještě před zpětným zavedením tohoto podílu plynu pomocí uvedených recyklových prostředků zpět do komory 1. Veškerý vykondenzovaný podíl se odvádí prostřednictvím kondenzačního potrubí (není znázorněno).

50 Pára zkondenzuje na stěnách 11 zařízení a tato zkondenzovaná pára je shromažďována ve žlábků 10, ze kterého je potom periodicky odtahována (za pomoci prostředků, které nejsou znázorněny). Veškerý přebytek amoniaku, společně se strženým vzduchem a zbytkovým podílem vodních par, se odvádí z komory 1 prostřednictvím štěrbin 12 a 13 pro přivádění zpracovávaného materiálu do komory a pro odvádění tohoto materiálu z komory a společně se strženým vzduchem

a amoniakem pocházejícím z odváděného zpracovaného materiálu se tento podíl odsává ze spodní části 2 komory prostřednictvím šterbiny 18.

5 Příklady provedení vynálezu

Postup zpracovávání celulóзовých textilních materiálů na materiály odolné vůči hoření a zařízení k provádění tohoto postupu budou v dalším blíže vysvětleny s pomocí konkrétních příkladů provedení, které jsou pouze ilustrativní a nijak neomezuji rozsah tohoto vynálezu.

10

Příklad 1

Podle tohoto příkladu byl nejdříve připraven předkondenzát tetrakis(hydroxymethyl)fosfonium-chloridu (THPC) a močoviny, přičemž molární poměr močoviny k THPC byl v tomto produktu 0,5:1,0. Tento předkondenzát byl potom zředěn vodou a tímto způsobem byl získán roztok obsahující ekvivalentní množství 25 % THP^+ iontu. Potom byl vybělený bílý bavlněný drell o hmotnosti 280 gramů/m² namočen vedením tímto roztokem, přičemž tato tkanina zachytila přibližně 80 % vlhkosti. Tato tkanina byla potom sušena po dobu 1 minuty při teplotě 100° C. Potom byla tato tkanina vytvrzena v zařízení podle uvedeného vynálezu ve zmenšeném měřítku, ve kterém bylo přítomno 1,2 metru uvedené tkaniny o šířce 0,45 metru, přičemž při tomto vytvrzování bylo použito množství přiváděného amoniaku v poměru 1,7:1 amoniaku k fosforu a doba kontaktu vytvrzovací atmosféry s touto tkaninou byla 14,4 sekundy. Koncentrace amoniaku v zařízení byla upravována před zahájením vytvrzování na různé hodnoty. Takto zpracovaná vytvrzená tkanina byla potom propírána na natřásacím rámu pomocí chladného roztoku obsahujícího 55 gramů/litr peroxidu vodíku a potom byla propírána roztokem obsahujícím uhličitan sodný v množství 2 gramy/litr při teplotě 60° C, a nakonec chladnou vodou a potom byla tato tkanina sušena.

Po vytvrzování a po konečném sušení byly odebrány a analyzovány jednotlivé vzorky na obsah fosforu a dusíku. Získané výsledky jsou uvedeny v následující tabulce č. 1.

Tabulka 1

35

Koncentrace amoniaku v %	Vzrůst poměru N/P při vytvrzování	P-účinnost v %
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

Příklad 2

Podle tohoto provedení byla zpracovávána drellová tkanina o délce 5 metrů stejným způsobem jako v příkladu 1, přičemž rozdíl byl v tom, že byla použita v tomto provedení lázeň obsahující ekvivalentní množství 22,5 % THP^+ iontu, doba vystavení působení zpracovávané tkaniny atmosféře v komoře byla 24 sekund a počáteční koncentrace amoniaku byla 80 %. Přiváděné množství amoniaku odpovídalo buďto 1,7:1 poměru amoniaku k fosforu nebo poměru 2,2:1 amoniaku k fosforu. Při použití přiváděného množství odpovídajícímu poměru 1,7:1 amoniaku k fosforu klesla koncentrace amoniaku na 69 %, ale při použití přiváděného množství

45

odpovídajícímu vstupnímu poměru 2,2:1 amoniaku k fosforu zůstala koncentrace amoniaku konstantní, to znamená 80 %. Vzorky byly odebrány z obou konců každé tkaniny, přičemž výsledky jsou uvedeny v následující tabulce č. 2.

5

Tabulka 2

Poměr amoniak/P	Koncentrace amoniaku	Vzrůst poměru N/P při vytvrzování	P-účinnost v %
1,7 (začátek)	80	1,85	93,6
1,7 (konec)	69	1,84	89,9
2,2 (začátek)	80	1,85	91,9
2,2 (konec)	80	1,83	93

10 Příklad 3

Podle tohoto příkladu byl předkondenzát, stejný jako v příkladu 1, zředěn na obsah 27,7 % THP⁺ iontů. Potom bylo 1000 metrů barveného bavlněného drellu o hmotnosti 266 gramů/m² a o šířce 1,52 metru namočeno tímto roztokem tak, že byla tato tkanina roztokem protažena a namočena, přičemž množství zachycené vlhkosti touto tkaninou bylo 70,3 %. Tato tkanina byla potom sušena ve čtyřdílném napínacím rámu na obsah vlhkosti asi 12 %. Potom byla tkanina vytvrzována ve vytvrzovacím zařízení podle uvedeného vynálezu (toto zařízení mohlo pojmout 13 metrů takto zpracovávané látky). Na počátku procesu byla koncentrace amoniaku 76 %, přičemž rychlost byla upravena na 32 metrů za minutu a přívod amoniaku odpovídal poměru 2,2 NH₃/P. Během provádění tohoto stupně teplota vzrostla na 60 °C a koncentrace amoniaku klesla na 67 %, přičemž potom vzrostla na hodnotu 69 %.

Potom byla rychlost zpracování tkaniny zvýšena na 39 metrů/minutu, přičemž relativní přiváděné množství amoniaku bylo sníženo a odpovídalo poměru 1,8 NH₃/P. Teplota reakce souvisle rostla až na hodnotu 77° C a koncentrace amoniaku nejprve klesla na 68 % a potom vzrostla na hodnotu 83 %.

Potom byla takto zpracovaná tkanina promyta peroxidem vodíku, potom uhličitánem sodným a vodou, což bylo provedeno v souvislé promývací řadě, a nakonec byla sušena.

Během provádění tohoto postupu bylo odebráno 13 vzorků v pravidelných intervalech. Všechny tyto vzorky splňovaly požadavky normy BS 6249 B jak po 50 promytích tak po těchto 50 promytích při teplotě 93° C, jak je to specifikováno v normě DIN 53920, ustanovení 4,1. Střední obsah fosforu u takto zpracovaných vzorků byl 2,92 % při koeficientu odchylky pouze 5,3 %.

Příklad 4

Podle tohoto příkladu bylo 1000 metrů drellové tkaniny zpracováno stejným způsobem jako v příkladu 1, ovšem za použití lázně obsahující 27,0 % THP⁺ iontů, přičemž množství zachycené vlhkosti bylo 74,2 %. Vytvrzování bylo prováděno při koncentraci amoniaku 68 % a o rychlosti tkaniny 40 metrů za minutu, přičemž přiváděné množství amoniaku odpovídalo poměru 1,8 NH₃/P. Teplota při vytvrzování vzrostla na 73° C a koncentrace amoniaku klesla na 36 %, přičemž potom opět vzrostla na 53 %.

Během provádění tohoto postupu bylo odebráno 17 vzorků. Všechny odebrané vzorky splňovaly požadavky normy BS 6249 Class B jak před promýváním tak po promývání, které bylo provedeno při teplotě 93° C a počet těchto promytí byl 50, jak je to specifikováno v normě DIN 53920 Clause 4,1. Průměrný obsah fosforu u takto zpracovaných vzorků byl 2,67 % při koeficientu odchylky pouze 3,3 %.

Příklad 5

Při provádění postupu podle tohoto příkladu bylo 500 metrů bílé bavlněné prostěradloviny o hmotnosti 178 gramů/m² a o šířce 1,52 metru zpracováno stejným způsobem jako je uvedeno v příkladu 4, přičemž množství zachycené vlhkosti bylo 92,9 %. Vytvrzování bylo prováděno okamžitě po provedení postupu podle příkladu 4, přičemž výchozí podmínky byly: koncentrace amoniaku 53 %, teplota 73° C, rychlost zpracovávané tkaniny 40 metrů/minutu a přiváděné množství amoniaku odpovídalo poměru 2,16 NH₃/P. Teplota při tomto postupu zůstávala stabilní na hodnotě v rozmezí od 73 do 74° C, ale koncentrace amoniaku vzrostla na 82 %.

Během provádění tohoto postupu bylo odebráno 10 vzorků, přičemž všechny tyto vzorky splňovaly požadavky normy BS 6249 Class B jak před promytím tak po promytí, které bylo prováděno při teplotě 93° C a počet těchto promytí byl 50, jak je to specifikováno v normě DIN 53920 Clause 4,1. Průměrný obsah fosforu v takto zpracovaných vzorcích byl 2,83 %, přičemž koeficient odchylky byl pouze 2,5 %.

Příklad 6

Podle tohoto příkladu bylo 1000 metrů drellové tkaniny zpracováno stejným způsobem jako je uvedeno v příkladu 4, ovšem s tím rozdílem že podle tohoto příkladu bylo prováděno chlazení recirkulovaných plynů. Lázeň pro namáčení tkaniny obsahovala 26,2 % THP⁺ iontů a množství zachycené vlhkosti bylo 84 %. Počáteční koncentrace amoniaku bylo v tomto provedení 82 %, přičemž rychlost vytvrzování odpovídala 48 metrům/minutu a přiváděné množství amoniaku odpovídalo poměru 1,7 NH₃/P. Teplota při tomto procesu stoupla na 67° C a koncentrace amoniaku klesla nejdříve na 52 % a potom stoupla na 55 %.

Během provádění tohoto postupu bylo odebráno 8 vzorků. Všechny tyto vzorky splňovaly požadavky normy BS 6249 Class B jak před promytím tak po promytí, které bylo prováděno při teplotě 93° C a počet promytí byl 50, jak je to specifikováno v normě DIN 53920 clause 4,1. Střední obsah fosforu v takto zpracovaných vzorcích byl 2,85 %, přičemž koeficient odchylky byl pouze 4,7 %.

Příklad 7

Podle tohoto příkladu bylo prováděno zpracovávání bavlněné prostěradloviny o úzké šířce a o délce 3500 metrů, jejíž hmotnost odpovídala 178 gramům/m² a šířka byla 0,96 metru, přičemž toto zpracovávání bylo prováděno stejným způsobem jako je uvedeno v příkladu 6, ovšem podle tohoto provedení bylo použito lázně obsahující 30,2 % THP⁺ iontů a množství zachycené vlhkosti bylo 68 %. Počáteční koncentrace amoniaku byla 78 %, přičemž rychlost vytvrzování byla 52 metrů/minutu a přiváděné množství amoniaku odpovídalo poměru 2,1 NH₃/P. Teplota při zpracovávání nejprve vzrostla na 58° C přičemž koncentrace amoniaku klesla na 37 % a potom stoupla na 43 %.

Během provádění tohoto postupu bylo odebráno 11 vzorků. Všechny tyto vzorky splňovaly požadavky normy BS 6249 Class B jak před promytím tak po promytí, které bylo prováděno při

teplotě 74° C a počet těchto promytí byl 50, jak je to specifikováno v normě BS 5651:1989 clause 6.5.3. Tyto promyté vzorky byly rovněž vyhodnoceny jako nezápalné při použití testu podle normy BS 7175 Section 3: Ignitability of individual Bedcovers, kdy bylo použito zážehových zdrojů 0,1 a 5. Průměrný obsah fosforu u takto zpracovaných vzorků byl 2,79 %, přičemž koeficient odchylky byl 9,2 %.

Příklad 8

Při provádění postupu podle tohoto provedení bylo zpracováváno 9000 metrů bavlněné prostěradloviny s úzkou šířkou, přičemž toto zpracovávání bylo prováděno stejným způsobem jako je postup podle příkladu 7, ovšem podle tohoto provedení bylo použito lázně obsahující 21,7 % THP⁺ iontů a množství zachycené vlhkosti bylo 81 %. Vytvrzování bylo podle tohoto provedení prováděno ve formě tří vsázek, přičemž rychlost vytvrzování byla 53 metrů/minutu a přiváděné množství amoniaku bylo 2,1 NH₃/P. V případě všech tří vsázek teplota vzrostla na rovnovážnou hodnotu v rozsahu 58 až 60 °C přičemž koncentrace amoniaku klesla na rozmezí od 45 do 50 %.

Během provádění postupu podle tohoto zpracovávání bylo odebráno 13 vzorků. Všechny vzorky splňovaly požadavky normy BS 6249 Class B jak před promytím tak po promytí, které bylo prováděno při teplotě 74° C a počet promytí byl 3, jak je to specifikováno v normě BS 5651:1989 clause 6.5.3. Průměrný obsah fosforu u takto zpracovaných vzorků byl 2,54 % při koeficientu odchylky pouze 3,8 %.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob zpracování celulóзовých textilních materiálů na textilní materiály odolné vůči hoření, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že zahrnuje následující stupně:

(i) impregnování materiálu vodným roztokem tetrakis(hydroxyorgano)fosfoniové (THP) sloučeniny, přičemž tento vodný roztok obsahuje 5 % až 50 % hmotnostních THP iontů, zejména 15 % až 25 % hmotnostních těchto iontů, a přinejmenším částečné sušení tohoto impregnovaného materiálu,

(ii) zpracovávání tohoto impregnovaného materiálu plynem obsahujícím amoniak v zařízení s komorou, kde počáteční koncentrace amoniaku v uvedeném plynu je v rozmezí od 70 % do 90 % a poměr amoniaku v plynu k THP kompozici je přinejmenším 1,2:1,

(iii) odvádění takto zpracovaného materiálu ze zařízení společně s přinejmenším určitým podílem plynu obsahujícím amoniak, přičemž je tento plyn recyklován zpět do zařízení během provádění tohoto postupu.

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že tento zpracováváný materiál sestává v podstatě z celulóзовých vláken, jako je přírodní bavlna, ramie, lněná vlákna a regenerovaná vlákna.

3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že textilní materiál obsahuje celulóзовá vlákna a další vlákna smíchatelná nebo spřádatelná s těmito celulóзовými vlákny,

jako polyesterová vlákna, jako jsou kopolymery alkylendiaminů a alkylendikarboxylových kyselin, polyamidová vlákna, polylaktamová vlákna a aramidová vlákna.

5 4. Způsob podle nároku 3, **vyznačující se tím**, že uvedený textilní materiál obsahuje až 30 % hmotnostních celulóзовých vláken a odpovídající podíl až 70 % hmotnostních polyesterových vláken.

10 5. Způsob podle některého z nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že tímto textilním materiálem je tkanina nebo tento textilní materiál obsahuje opředenou jádrovou přízi.

6. Způsob podle libovolného z nároků 1 až 5, **vyznačující se tím**, že tetrakis (hydroxyorgano)fosfoniová kompozice obsahuje hydroxyorgano skupiny obecného vzorce



15 ve kterém R^1 a R^2 , které mohou být stejné nebo rozdílné, představují každý substituent vybraný ze skupiny zahrnující atom vodíku a alkylové skupiny obsahující 1 až 4 atomy uhlíku, jako je methylová skupina nebo ethylová skupina.

20 7. Způsob podle nároku 6, **vyznačující se tím**, že THP kompozicí je THP sůl, jako je chlorid nebo sulfát, částečně neutralizovaný derivát THP soli, směs THP soli a sloučeniny obsahující dusík, jako je močovina, melamin nebo methylovaný melamin, nebo předkondenzát THP soli a sloučeniny obsahující dusík.

25 8. Způsob podle libovolného z nároků 1 až 7, **vyznačující se tím**, že poměr amoniaku k THP kompozici se pohybuje v rozmezí od 1,7 do 2,2:1, vyjádřeno jako $\text{NH}_3:\text{P}$, jestliže je touto kompozicí směs nebo předkondenzát THP soli a sloučeniny obsahující dusík, a v rozmezí od 2,2 až 2,7:1, vyjádřeno jako $\text{NH}_3:\text{P}$, jestliže je touto THP kompozicí THP sůl.

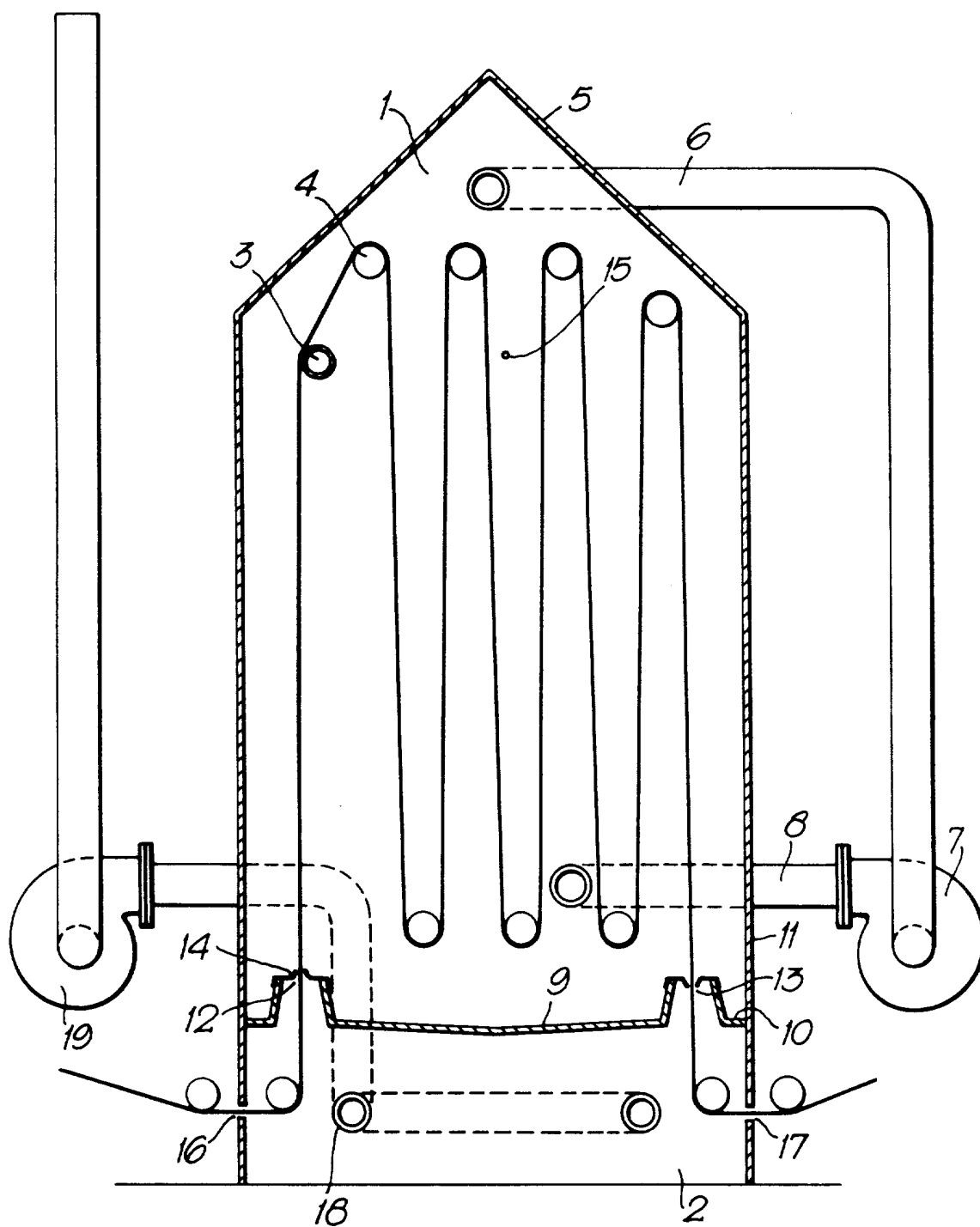
30 9. Způsob podle libovolného z nároků 1 až 8, **vyznačující se tím**, že po odvedení ze zařízení se textilní materiál zpracovává oxidačním činidlem, jako je například vodný roztok peroxidu vodíku nebo plyn obsahující molekulární kyslík.

35 10. Způsob podle nároku 9, **vyznačující se tím**, že po oxidaci se textilní materiál neutralizuje vodným roztokem báze, jako je uhličitán sodný.

11. Způsob podle nároku 10, **vyznačující se tím**, že po neutralizování textilního materiálu se textilní materiál promyje vodou a usuší.

40 12. Zařízení k provádění postupu podle libovolného z nároků 1 až 11, **vyznačující se tím**, že je tvořeno komorou (1) s místem (12) pro přívod textilního materiálu a místem (13) pro odvádění textilního materiálu z komory (1), utěsněnými ve spojení s komorou plynotěsným způsobem, přičemž dále má zařízení přinejmenším jednu trubici (3) umístěnou uvnitř komory (1), která má přinejmenším jeden otvor, který je situován nebo které jsou rozmístěny, podél celé
45 šířky zpracovávaného textilního materiálu, prostředky k uzavření veškerých částí uvedených otvorů nezakrytých tímto materiálem a dále prostředky k vedení textilního materiálu do kontaktu s trubicí (3) a podél uvedeného otvoru, a dále prostředky (6, 7, 8) pro recyklování plynu k odvedení přinejmenším podílu uvedeného plynného amoniaku z uvedené komory (1) a ke
50 vracení tohoto plynu do této komory, a prostředky (15) pro analyzování obsahu amoniaku v plynu, prostředky pro měření množství amoniaku přiváděného do komory (1) a prostředky pro měření teploty uvnitř komory (1).

1 výkres



Konec dokumentu