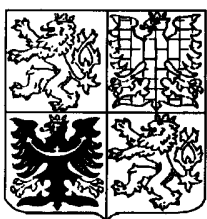


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 22.10.93
(32) 22.10.92
(31) 92/22190
(33) GB
(40) 18.05.94

(21) 2247-93

(13) A3

5(51)

D 06 M 13/288

D 06 M 13/328

D 06 M 15/579

// D 06 M 101:06

D 06 M 101:32

(71) ALBRIGHT AND WILSON LIMITED, Warley, GB;

(72) Lei Xiao Ping, Birmingham, GB;
Speake David William, Halesowen, GB;
Zakikhani Mohsen, Kidderminster, GB;

(54) **Způsob zpracování tkanin pro zadržování ohně
a pro odolnost proti vodě**

(57) Je popsán způsob zpracování tkanin pro zadržování ohně impregnací kondenzátem tetrakis (hydrxyorgano)fosfonové soli a například močoviny a přidáním alespoň jednoho protonovaného a netralizovaného aminu k impregnačnímu roz-
toku, které zvyšuje účinnost upevnění fosfonové soli ve vláknech, zvyšuje její rovnoměrné rozdělení v systému a vede na zlepšené vlastnosti pro zadržování ohně a odolnosti proti vodě.

ZPŮSOB ZPRACOVÁNÍ TKANIN PRO ZADRŽOVÁNÍ OHNĚ A PRO ODOLNOST PROTI VODĚ

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu zpracování tkanin pro zadržování ohně a pro odolnost proti vodě impregnací tkaniny ve vodném roztoku obsahujícím poly(hydroxyalkyl)fosfonovou sloučeninu.

Dosavadní stav techniky

Známy způsob zpracování tkanin pro zadržování ohně, kteréžto tkaniny obsahují celulózová, například bavlněná vlákna, spočívá v impregnaci tkaniny vodným roztokem některé poly(hydroxyorgano)fosfonové sloučeniny, například tetrakis(hydroxyorgano)fosfonové soli. Alternativně může poly(hydroxyorgano)fosfonová sloučenina být kondenzát s některou sloučeninou obsahující dusík, například s močovinou. Po impregnaci se tkanina usuší a potom se zpracuje čpavkem k vytvoření zpracovaného ve vodě nerozpustného polymeru, který je mechanicky upevněn ve vláknech tkaniny. Po zpracování se polymer podrobí oxidaci pro převedení trojmocného fosforu na pětímocný fosfor a tkanina se promyje a usuší. Tkaniny zpracované výše popsaným způsobem a oděvy z nich vyrobené se prodávají pod ochrannou známkou FROBAN společnosti Albright & Wilson Limited.

Podstata vynálezu

Příhlašovatel nyní zjistil, že přidání alespoň jednoho protonovaného a neutralizovaného aminu k impregnačnímu roztoku zvyšuje účinnost upevnění fosfonové sloučeniny ve vláknech, zlepšuje rovnoměrné rozdělení fosfonové sloučeniny v systému a vede ke zlepšeným vlastnostem pro zadržování ohně a zvýšenou odolnost proti vodě.

Vynález tudíž vytváří způsob zpracování tkanin pro zadržování ohně a pro odolnost proti vodě impregnací tkaniny ve vodném roztoku obsahujícím poly(hydroxyalkyl)fosfonovou sloučeninu, jehož podstata spočívá v tom, že k impregnačnímu roztoku se přidá alespoň jeden primární, sekundární nebo terciární alifatický amin mající od 12 do 20 atomů uhlíku, kteréžto aminy byly před přidáním protonovány a potom neutralizovány.

Předložený vynález také vytváří oheň zadržující a proti

vodě odolnou tkaninu zpracovanou způsobem definovaným výše.

Podle výhodného provedení předloženého vynálezu je koncentrace protonovaného a neutralizovaného aminu v roztoku rovna od 0,05 do 3 %, přednostně od 0,1 do 1 %, s výhodou kolem 0,3 % hmotnostních.

Podle dalšího výhodného provedení předloženého vynálezu protonovaný a neutralizovaný amin je v podstatě n-oktadecylamin.

Podle dalšího výhodného provedení předloženého vynálezu protonovaný a neutralizovaný amin je směs primárních alifatických aminů majících od 16 do 18 atomů uhlíku.

Podle dalšího výhodného provedení předloženého vynálezu poly(hydroxyalkyl)fosfonová sloučenina je tetrakis(hydroxyalkyl)-fosfonová sloučenina jako tetrakis(hydroxymethyl)fosfonová sůl.

Podle dalšího výhodného provedení předloženého vynálezu jsou aminy protonovány a neutralizovány slabou organickou kyselinou, například kyselinou octovou.

Podle dalšího výhodného provedení předloženého vynálezu protonovaný a neutralizovaný amin je v podstatě oktadecylamin-acetát.

Je výhodné, když aminy mohou být získány již ve protonovaném a neutralizovaném stavu.

Alternativně mohou být aminy jednoduše smíchány s dostatečným množstvím kyseliny octové k dosažení protonování a neutralizace a takto zpracované aminy se přidávají k impregnačnímu roztoku.

Příklad provedení vynálezu

Způsobem podle vynálezu byly zpracovány tyto čtyři vzorky tkanin:

- | | |
|-----------------|--|
| <u>Vzorek A</u> | Satinová tkanina obsahující 60% bavlněných vláken a 40% polyesterových vláken a mající měrnou plošnou hmotnost 280 g/m^2 |
| <u>Vzorek B</u> | Keprová tkanina obsahující 60% bavlněných vláken a 40% polyesterových vláken a mající měrnou plošnou hmotnost 245 g/m^2 |
| <u>Vzorek C</u> | Keprová tkanina obsahující 60% bavlněných vláken a 40% polyesterových vláken a mající měrnou plošnou hmotnost 315 g/m^2 |
| <u>Vzorek D</u> | hladce tkaná pigmentem potisknutá tkanina obsahující 100% bavlněných vláken a mající hmotnost 200 g/m^2 |

Tkaniny byly impregnovány vodným roztokem, který obsahoval dále uvedené hmotnostní procentní podíly předkondenzátu tetrakis(hydroxymethyl)fosfonchloridu a močoviny spolu s protonovanými a neutralizovanými aminy podle předloženého vynálezu, molární poměr fosfonchloridu k močovině v kondenzátu byl 2:1:

A: 42,25% hmotnostních

B: 42,25% hmotnostních

C: 39% hmotnostních

D: 32,5% hmotnostních

Impregnované tkaniny byly stlačeny na mokré kusy v následujících mezích založených na původní hmotnosti tkaniny:

A: 80%

B: 80%

C: 80%

D: 90%

Tkaniny byly potom usušeny při 120 °C a udržovány přes noc na teplotě místnosti pro získání obsahu vlhkosti v mezích od 4 do 8 %, přednostně od 5 do 8 %.

Usušené tkaniny byly zpracovány plynným čpavkem pro zpracování předkondenzátu ve vláknech tkaniny, s následující oxidací peroxidem vodíku, promytím a usušením.

Dále uvedená TABULKA I uvádí výsledky zkoušek vlastností pro zadržení ohně podle DIN 66083 s-b:

TABULKA I

Vzorek	Směr zkoušky	Vznícení čas (s)	Dodatečný plamen (s)	Dodatečný žár (s)	Délka zuhlňatění (mm)
A	osnova	3	0	0	7
		15	0	0	125
		3	0	0	6
		15	0	0	75
		3	0	0	5
		15	0	0	
	útek	3	0	0	7
		15	0	0	87
		3	0	0	8
		15	0	0	75
		3	0	0	7
		15	0	0	75
B	osnova	3	0	0	20
		15	0	0	110
		3	0	0	13
		15	0	0	103
		3	5	0	70
		15	-	-	-
	útek	3	0	0	12
		15	0	0	95
		3	0	0	15
		15	0	0	82
		3	0	0	20
		15	0	0	103

Pokračování

TABULKA I - pokračování

C	osnova	3	0	0	5
		15	0	0	112
		3	0	0	5
		15	0	0	88
		3	0	0	5
		15	0	0	100
	útek	3	0	0	5
		15	0	0	86
		3	0	0	5
		15	0	0	98
		3	0	0	5
		15	0	0	71

Pokračování

TABULKA I - pokračování)

Vzorek	Směr zkoušky	Vznícení čas (s)	Dodatečný plamen (s)	Dodatečný žár (s)	Délka zuhlénatění (mm)
D	osnova	3	0	0	15
		15	0	0	76
		3	0	0	10
		15	0	0	70
		3	0	0	10
		15	0	0	75
		3	0	0	10
		15	0	0	70
	útek	3	0	0	15
		15	0	0	67
		3	0	0	7
		15	0	0	74
		3	0	0	20
		15	0	0	75
		3	0	0	10
		15	0	0	74

TABULKA II uvedená dále uvádí výsledky zkoušek vlastností
pro zadržetí ohně podle NFG 07-184. a BS 6249.

TABULKA II

-----BS 6249-----					
Vzorek		NFP 07-184 (zničená plocha)	(délka zuhlénatění)	Dodatečný plamen (s)	Dodatečný žár (s)
		cm ²	mm		
A	osnova	25	50	0	0
	útek	26	50	0	0
B	osnova	35	82	0	0
	útek	31	62	0	0
C	osnova	36	40	0	0
	útek	33	50	0	0
D	osnova	29	64	0	0
	útek	24	53	0	0

Výsledky určení obsahu fosforu a dusíku ve tkaninách po 40 cyklech praní při 93 °C jsou uvedeny v TABULCE III uvedené dále.

TAEULKA III

Pevná přísada *	Po zpracování NH_3		Po dokončení		Po praní	
	P%	N%	P%	N%	P%	N%
A: 0 (kontrola)	3.66	3.92	2.87	2.64	2.50	2.40
0.3	3.61	3.96	3.46	2.23	3.33	3.01
B: 0 (kontrola)	3.69	4.08	3.15	2.97	2.82	2.60
0.3	3.68	4.29	3.63	3.37	3.24	2.89
C: 0 (kontrola)	3.33	3.40	3.09	2.75	2.89	2.51
0.3	3.42	3.98	3.33	3.14	3.12	2.87
D: 0 (kontrola)	3.21	3.89	2.94	2.94	2.74	2.51
0.3	3.41	4.40	3.31	3.28	3.00	2.84

* okta decylaminacetát

Byla určena odolnost tkanin zpracovaných podle předloženého vy-
nálezu proti vodě a výsledky jsou uvedeny v tabulce IV:

TAEULKA IV

Vzorek	Odolnost proti vodě (cm vody)
Nezpracovaná tkanina (kontrola I)	4
Zpracování bez protonovaného aminu (kontrola II)	5
Zpracování s protonovaným aminem	16

Tkanina použitá v předešlých zkouškách byl vzorek C (viz výše).

V jiném příkladu byly způsobem podle předloženého vynálezu zpracovány tyto tkaniny:

Vzorek C (byl popsán výše)

Vzorek E keprová tkanina obsahující 60% bavlněných vláken a 40% polyesterových vláken a mající měrnou plošnou hmotnost 240 g/m^2 .

Tkaniny byly impregnovány vodným roztokem obsahujícím dále uvedené hmotnostní procentní podíly předkondenzátu tetrakis-(hydroxymethyl)fosfonchloridu a močoviny spolu s protonovanými a neutralizovanými aminy podle předloženého vynálezu, molární poměr fosfonchloridu k močovině v kondenzátu byl 2:1:

C: 40,95% hmotnostních

E: 37,05% hmotnostních

Impregnované tkaniny byly stlačeny na mokré kusy v následujících mezích založených na původní hmotnosti tkaniny:

C: 77%

E: 99%

Tkaniny byly potom usušeny při 120°C pro dosažení obsahu vlhkosti ve tkaninách mezi 14 a 18%.

Usušené tkaniny byly zpracovány plynným čpavkem těmito způsoby:

C1: V jednom kroku

C2: Ve dvou stupních, jeden po druhém

E1: V jednom kroku

E2: Ve dvou stupních, jeden po druhém

Potom následovala oxidace peroxidem vodíku, praní a sušení.

Tabulka V uvedená dále ukazuje výsledky zkoušek vlastností pro zadržení ohně podle DIN 66083 s-b:

TABULKA V

Vzorek	Směr	Vznícení čas (s)	Dodatečný plamen(s)	Dodatečný žár (s)	Délka zuhelnatění (mm)
C1	osnova	3	1	0	7
		15	0	0	110
		3	1	0	9
		15	0	0	70
	útek	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	75
C2	osnova	3	0	0	5
		15	0	0	65
		3	1	0	5
		15	0	0	60
	útek	3	1	0	7
		15	0	0	60
		3	1	0	5
		15	0	0	55
E1	osnova	3	1	0	11
		15	0	0	65
		3	2	0	11
		15	0	0	70
	útek	3	1	0	11
		15	0	0	65
		3	0	0	8
		15	0	0	75
E2	osnova	3	1	0	8
		15	0	0	65
		3	0	0	7
		15	0	0	72
	útek	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	1	0	8
		15	0	0	85

Tabulka VI uvedená dále ukazuje výsledky zkoušek vlastností pro zadržení ohně podle NFG 07-184.

TABULKA VI

Vzorek	Směr zkoušky	Zničená plocha (cm ²)
C1	osnova	21
	útek	23
C2	osnova	21
	útek	22
E1	osnova	27
	útek	25
E2	osnova	24
	útek	22

Výsledky určení obsahu fosforu a dusíku ve tkaninách před a po 40 cyklech praní při 90°C s pracím prostředkem obsahujícím 5% perborátu jsou uvedeny v následující Tabulce VII.

TABULKA VII

Vzorek	Po zpracování NH ₃		Po dokončení		Po praní	
	P%	N%	P%	N%	P%	N%
C1	3.53	3.92	3.47	3.23	3.28	3.10
C2	3.52	4.42	3.53	3.39	3.53	3.43
E1	4.01	4.68	3.66	3.44	3.65	3.59
E2	3.98	5.00	3.86	3.70	3.85	3.76

V jiném příkladu byly vzorky tkanin C a E zpracovány standardní směsí a usušeny při 120°C na obsah vlhkosti 9-12%. Tkaniny byly zpracovány plynným čpavkem v jednom kroku s následujícím zpracováním teplem při 130°C. Tkaniny byly potom oxidovány peroxidem vodíku a následně prány a usušeny. (Vzorky byly označeny C3 a E3).

Tkanina C byla také zpracována za výše uvedených podmínek ve větších množstvích ve výrobním zařízení (vzorek CM).

Tabulka VIII udává výsledky zkoušek vlastností pro zadržení ohně podle DIN 66083.

TABULKA VIII

Vzorek	Směr zkoušky	Vznícení čas (s)	Dodatečný plamen(s)	Dodatečný žár (s)	Délka zuhelnatění (mm)
C3	osnova	3	0	0	5
		15	0	0	90
		3	0	0	5
		15	0	0	95
	útek	3	0	0	5
		15	0	0	75
		3	0	0	5
		15	0	0	90
CM	osnova	3	1	0	5
		15	0	0	110
		3	0	0	5
		15	0	0	76
	útek	3	1	0	5
		15	0	1	50
		3	1	0	5
		15	0	1	55
E3	osnova	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	75
	útek	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	98

Tabulka IX udává výsledky zkoušek vlastností pro zadržení ohně podle NFG 07-184.

TABULKA IX

Vzorek	Směr zkoušky	Zničená plocha (cm ²)
C3	osnova	28
	útek	26
CM	osnova	27
	útek	25
E3	osnova	27
	útek	26

Výsledky určení obsahu fosforu a dusíku ve tkaninách po 40 cyklech praní při 93 °C jsou uvedeny v Tabulce X.

TABULKA X

Vzorek	*)		Po dokončení		Po praní	
	P%	N%	P%	N%	P%	N%
C3	3.82	4.04	3.54	3.21	3.31	2.91
CM	3.53	3.57	3.24	2.88	3.07	2.69
E3	4.10	4.50	3.73	3.62	3.43	3.18

*) Po zpracování teplem

Tkaniny zpracované způsobem podle předloženého vynálezu mohou v podstatě sestávat z celulóзовých vláken, například z bavlněných vláken.

Alternativně mohou tkaniny obsahovat celulóзовá i necelulóзовá vlákna, například polyamidová, akrylová, aramidová, polyesterová nebo polybenzimidazolová vlákna.

Je výhodné, když maximální obsah necelulóзовých vláken v takové tkanině je 70%, například tkanina může obsahovat 60% bavlněných vláken a 40% polyesterových vláken.

Vhodný rozsah měrných plošných hmotností tkanin zpracovaných způsobem podle předloženého vynálezu je od 0,05 do 1 kg/m².

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob zpracování tkanin pro dodání vlastností pro zadržování ohně a odolnosti proti vodě impregnací tkaniny ve vodném roztoku obsahujícím poly(hydroxyalkyl)fosfonovou sloučeninu, vyznačující se tím, že k impregnačnímu roztoku se přidá alespoň jeden primární, sekundární nebo terciární alifatický amin mající od 12 do 20 atomů uhlíku, kteréžto aminy byly před přidáním protonovány a neutralizovány.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že koncentrace protonovaného a neutralizovaného aminu v roztoku je rovna od 0,05 do 3 %, přednostně od 0,1 do 1 %, s výhodou kolem 0,3 % hmotnostních.
3. Způsob podle bodu 1 nebo 2, vyznačující se tím, že protonovaný a neutralizovaný amin je v podstatě n-oktadecylamin.
4. Způsob podle bodu 1 nebo 2, vyznačující se tím, že protonovaný a neutralizovaný amin je směs primárních alifatických aminů majících od 16 do 18 atomů uhlíku.
5. Způsob podle kteréhokoli z bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že poly(hydroxyalkyl)fosfonová sloučenina je tetrakis(hydroxyalkyl)fosfonová sloučenina, například tetrakis(hydroxymethyl)fosfonová sůl.
6. Způsob podle kteréhokoli z bodů 1 až 5, vyznačující se tím, že aminy jsou protonovány a neutralizovány slabou organickou kyselinou, například kyselinou octovou.
7. Způsob podle bodu 6, vyznačující se tím, že protonovaný a neutralizovaný amin je v podstatě oktadecylaminacetát.

Zastupuje:

