

(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

203 389 B

(21) A bejelentés száma: 2906/88
(22) A bejelentés napja: 1988.06.03.
(30) Elsőbbségi adatok:
87/13224 1987.06.05. GB

(51) Int. Cl.⁵

D 06 M 13/288

(40) A közzététel napja: 1989.12.28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1991.07.29. SZKV 91/07

(72) Feltaláló:

Smith, Geoffrey William, Birmingham,
West Midlands (GB)

(73) Szabadalmaz:

Albright and Wilson Ltd., Warley, West
Midlands (GB)

(54)

Eljárás textilanyagok lángállóságának kialakítására

(57) KIVONAT

A találmány szerinti eljárásban cellulóz és más szálból, például poliészterszálból készült keverék textíliák lángállóságának kialakítását végzik oly módon, hogy az anyagokat tetrakis(hidroxil-alkil)-foszfónium-származékkal impregnálják, megszártják, majd ammóniával rögzítik a foszforszármazékot. Az eljárást legalább kétszer ismétlik, az első lépésben a szerves foszfor-származék 5-20%-át viszik fel.

A leírás terjedelme: 6 oldal rajz nélkül

HU 203 389 B

A találmány tárgya eljárás textilanyagok lángállóságának kialakítására.

A 2 983 623, 4 068 026, 4 078 101, 4 145 463 és a 4 494 951 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásból ismert pamutszövetek lángállóságának kialakítása tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-származékok vagy ezeknek karbamid-prekondenzátumai segítségével. Az eljárást úgy végzik, hogy a szövetet a vegyszerek vizes oldatával impregnálják, megszáritják, majd ammóniával kezelik azért, hogy a foszfor-származékok oldhatatlan módon rögződjenek a szöveten, végül oxidálják és mossák, az így kapott szövet sok mosás után is megtartja lángállóságát.

Úgy találtuk, hogy ha a fenti eljárást pamutkeveréken, például pamut és poliészter keverékén végezzük, csökken az eljárás hatékonysága, amelyet úgy mérünk, hogy a foszfor-származékok mennyire váltak oldhatatlanná. Kísérleteink során találtunk egy módszert, amelylyel a pamutkeverékek kezelésének hatékonysága javítható.

A találmány tárgya tehát eljárás olyan textilanyagok lángállóságának kialakítására, amelyek cellulózsálalak és más (például azzal együtt keverhető) szálak keverékéből állnak, amelynek során a textilanyagot egy szerves foszfor-származék vizes oldatával impregnáljuk, amely tetrakis(hidroxi-alkil)-foszfónium-származék, különösen tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-származék (a továbbiakban THP) vagy ennek szerves nitrogéntartalmú vegyülettel alkotott vízzoldható kondenzátumának vizes oldata vagy az említett foszfónium-származék és az említett szerves nitrogéntartalmú vegyület elegyének vizes oldata, a kapott impregnált anyagot megszáritjuk, és a megszáritott impregnált anyagra a szerves foszforszármazékot ammóniával rögzítjük. A találmány értelmében az eljárást két, impregnálásból, szárításból és rögzítésből álló ciklusban végezzük, amelynek során az első ciklusban a textilanyag eredeti tömegére számítva 5–20% szerves foszfor-származékot [tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-ionban kifejezve] tartalmazó impregnált textilanyagot állítunk elő, és az első ciklus után oxidációt végzünk.

A találmány szerinti eljárás egy előnyös kiviteli módja szerint a második ciklusban az eredeti anyag eredeti tömegére számítva 5–20% szerves foszfor-származékot alkalmazunk, és 15–30% (az eredeti anyag tömegére számítva) gyantatartalmú terméket kapunk.

A találmány szerinti eljárás egy másik előnyös kiviteli módja szerint kiindulási anyagként cellulóz és azzal keverhető szálakból álló, előnyösen poliészter, poliamid vagy ezek elegyéből álló szálakból készült anyagot alkalmazunk.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint kiinduló anyagként cellulóz és poliészterszálakból készült anyagot, és foszfónium-származékként tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-származékot alkalmazunk.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint mind az első, mind a második ciklusban az anyag tömegére számítva 5–15% szerves foszfónium-származékot viszünk fel az anyagra.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint az első ciklusban az összes felvehető foszfor-származék 30–70%-át, a második ciklusban pedig 70–30%-át visszük fel az anyagra.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiv-

teli módja szerint az első ciklusban az anyagot olyan vizes oldattal impregnáljuk, amely a szerves foszfor-származékot kevesebb, mint 25 tömeg% koncentrációban tartalmazza.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint mind az első, mind a második lépésben az anyagot olyan vizes oldattal impregnáljuk, amely a szerves foszfor-származékot 10–22 tömeg% koncentrációban tartalmazza.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint az oxidációt vizes hidrogén-peroxid-oldattal végezzük.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint szerves foszfor-származékként karbamid és tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-só kondenzátumát alkalmazzuk, amelyben a karbamid aránya a THP-ionra vonatkoztatva 0,05–0,6 : 1.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint az ammóniás rögzítést úgy végezzük, hogy ammóniagázt kényszerítünk át az anyagon.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint kiindulási anyagként 40–78% cellulózsálból és 22–60% poliészterszálból készült szövetet alkalmazunk.

A találmány szerinti eljárás egy további előnyös kiviteli módja szerint kiindulóanyagként 30–62% cellulózsálból és 38–70% poliészterszálból készült szövetet alkalmazunk.

A tetrakis(hidroxi-alkil)-foszfónium-származékban a hidroxi-alkil-csoport előnyösen 1–9 szénatomos α -hidroxi-alkil-csoport, különösen előnyösen HOC–(R¹R²) képletű csoport, ahol R¹ és R² jelentése azonos vagy eltérő, hidrogénatom vagy 1–4 szénatomos alkil-csoport, például metil- vagy etilcsoport. R¹ és R² közül előnyösen az egyik hidrogénatomot képvisel, mint például a tetrakis(hidroxi-alkil)-foszfónium-származékokban. A tetrakis(hidroxi-alkil)-foszfónium-származékok alkalmazását a továbbiakban a THP-származékok kapcsán mutatjuk be, a molarányok más vegyületek esetén megfelelnek a THP-származékok molarányának.

A találmány szerinti eljárás nem-cellulózsálalak, előnyösen poliészter- vagy poliamidszálalak esetén alkalmazható, de lehet akril, különösen modakriliszálalak esetén is alkalmazni. A poliamidok lehetnek alifás poliamidok, mint például alkilén-diaminok és alkilén-dikarbonsavak kopolimerjei, például nylon 66 vagy polilaktámok, mint például nylon 6, vagy lehetnek aromás poliamidok, mint például aromás dikarbonsavak amidjai és fenilén-diaminok.

A textilanyag tartalmazhat legalább 30% cellulózsálalak és 70%-ig terjedő mennyiségű ezzel keverhető szálalak, például 10–70%, előnyösen 25–60% keverhető szálalak, például poliamidokat.

A találmány szerinti eljárás előnyösen cellulózsálalak és poliészterszálalak keveréke esetén alkalmazható. Az anyag rendszerint 70%-ig terjedő mennyiségű, előnyösen 60%-ig terjedő mennyiségű poliészterszálalak és 30%-nál, előnyösen 40%-nál több cellulózsálalak, például 1–70% vagy 1–60%, így 5–50% vagy 15–60%, különösen 15–30% vagy 22–38% vagy 38–60% poliészterszálalak és 30–99% vagy 40–99%, mint például 45–95% vagy 40–85, különösen 75–85% vagy 62–78% vagy 40–62% cellulózsálalak tartalmaz. Előnyösek az olyan anyagok, amelyek 40–78% cellulózsálalak és 22–60% poliészterszálalak vagy 30–62% cellulózsálalak és

38–70% poliészterszálat tartalmaznak. A cellulózsál előnyösen természetes pamut, de lehet len vagy regenerált szál, például viszkóza, vagy kuprammóniumsál is. A poliészter rendszerint kondenzált termék, amely alifás alkoholokból, például dialkoholokból, különösen etilén-glikolból és aromás dikarbonsavból, például tereftálsavból származó szerkezeti egységeket tartalmaz.

Az eljárásban alkalmazott anyag lehet céma vagy nemszövött anyag, előnyösen azonban szövött anyagot alkalmazunk. A cellulóz és a másik szál lehet intim vagy nem intim keverék, a szálak azonban előnyösen a cellulózszálnak és a másik szálnak, például poliészterszálnak olyan keverékei, amelyek együttfonva készülnek, mint például a pamut-poliészter elemi szálak, lehetnek azonban olyan formában is, ahol a pamut fonalmagot másik fonallal vonnak be, például a poliészterrel burkolt pamutfonalakban. A szövetben a lánc és a vetülékfonalak előnyösen azonosak, de lehetnek különbözőek is, például poliészter-pamutfonal. A továbbiakban tehát a „keverék” kifejezés az említett összes keveréket magában foglalja. Kezelendő anyagként előnyösen olyan szövetet alkalmazunk, amelynek tömege 100–1000 g/m², például 150–400 g/m², ilyen a pamut-poliészter inganyag vagy lepedőanyag vagy függönyanyag.

Impregnáló oldatként a THP-só vizes oldatát alkalmazzuk egy azzal kondenzálható nitrogén-származékkal, például melaminnal vagy hidroximetilezett melaminnal vagy karbamiddal keverve, vagy az említett só és a nitrogén-származék prekondenzátumának oldatát, vagy THP-hidroxid legalább részben semlegesített oldatát a nitrogén-származékkal vagy anélkül.

Az oldat egy THP-só, például klorid vagy szulfát és karbamid prekondenzátumát, előnyösen a karbamid és a THP 0,05–0,8 : 1 molarányú, előnyösen 0,05–0,6 : 1, még előnyösebben 0,05–0,35 : 1 vagy 0,35–0,6 : 1 molarányú prekondenzátumát tartalmazza, és a pH-ja rendszerint 4–6,5, előnyösen 4–5.

Az első ciklusban a szerves foszfor-származék koncentrációja a vizes oldatban 5–35% (THP⁺-ion tömegében kifejezve), előnyösen 25–35%, még előnyösebben kevesebb, mint 25%, rendszerint 5–25%, például 10–22%, úgymint 10–15% vagy 15–22%. A második ciklusban a szerves foszfor-származék vizes oldatának koncentrációja szintén 5–35% (a THP⁺-ion tömegében kifejezve), úgymint 25–35%, de előnyösen a koncentráció kevesebb, mint 25%, például 5–25%, úgymint 10–22%, különösen előnyösen 10–15% vagy 15–22%.

A szerves foszfor-származék (THP-ion) koncentrációja rendszerint kevesebb, mint 25% legalább az egyik ciklusban, előnyösen legalább az első ciklusban, különösen mind a két ciklusban. Az eljárásban az anyagot előnyösen úgy impregnáljuk, hogy az első ciklusban a szerves foszfor-származékot 5–25% koncentrációban tartalmazó vizes oldatot impregnáló fürdővel hozzuk érintkezésbe, majd a második ciklusban ugyanezzel az oldattal újra impregnáljuk.

Kívánt esetben az oldat egy nevesítőszer, például nemionos vagy anionos nedvesítőszer tartalmazhat.

Az első ciklusban az anyag impregnálását úgy véghezvük, hogy 25%-nál kisebb szerves foszfor-származék-tartalom (mint THP-ion) esetén a szövetet a vizes oldatba 50–130%, például 60–100% nedvességfelvételig (az anyag eredeti tömegére számítva) mártjuk bele. Olyan oldatok esetén, amelyek a szerves foszfor-származékot 25–30%-ban tartalmazzák, olyan módszert alkalm-

zunk, hogy a nedvességfelvétel 30–50% legyen. Az anyag az impregnálással 5–20% szerves foszfor-származékot vesz fel (THP-ionban kifejezve az anyag eredeti tömegére vonatkoztatva).

5 Az impregnált anyagot ezután megszáritjuk, például olyan mértékig, hogy a nedvességtartalom 0–20%, például 5–15%, mint például körülbelül 10% legyen, ahol a %-os értéket a szövetnek a vegyszerrel impregnált megnövekedett tömegére vonatkoztatjuk. A szárítás történhet feszítőkeretben, kemencében vagy hevített tartályok, például gőztartályok fölött, és történhet 80–120 °C-on 1–10 percig. A szárított anyagra ezután ammóniával rögzítjük a foszfor-származékot. A rögzítést rendszerint gáz formájú ammóniával végezzük, amely az anyagon átdiffundál vagy amelyet az anyagon például úgy kényszerítünk át, hogy a szövetet perforált cső fölött vezetjük el, amelyen ammóniagázt engedünk ki. Az ammóniás rögzítés berendezését és módszerét például a 4 145 463, a 4 068 026 és a 4 494 951 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás tartalmazza.

Az első ciklus után az anyag rendszerint 15–30% gyantatartalmat mutat (az eredeti anyag tömegére vonatkoztatva).

25 Ezután az anyagot egy második ciklusban újra impregnáljuk. Annak érdekében azonban, hogy az első cikusból visszamaradt maradékok a második ciklus impregnálására és/vagy impregnáló folyadékára gyakorolt hatását csökkentsük, rendszerint előnyös, ha közbenső lépésként a következő műveletek közül legalább egyet elvégezzük: az első ciklusban az anyagra felvitt gyantát oxidáljuk, így a háromértékű foszforok legalább egy részét ötértékű foszforra alakítjuk, majd vizes bázissal és vízzel mossuk. Az oxidálást előnyösen peroxi-vegyület vizes oldatával, mint például vizes hidrogén-peroxid oldattal érintkeztetjük, amelynek koncentrációja 0,5–10, előnyösen 1–5%, vagy nátrium-perborát-oldattal érintkeztetjük, amelynek koncentrációja 1–10%. Az oldatokat rendszerint főlegesen alkalmazzuk, az oxidálást 0,1–10 percig, 0–40 °C-on végezzük. Az oxidálást végezhetjük molekuláris oxigént tartalmazó gázzal, például levegővel úgy, hogy a gázt az anyagon átszivattyújuk vagy átfúvatjuk. Végezhetjük úgy, hogy az anyagot vákuumnyílás fölött vagy perforált cső fölött vezetjük el, amelyen keresztül a gázt fúvatjuk vagy szívjuk.

45 Az oxidálás után vagy ahelyett az anyagot bázisos közeggel, előnyösen vizes bázissal, például nátrium-karbonát-oldattal mossuk és/vagy vízzel öblítjük. Az oxidálás előnyösen csökkenti a maradék formaldehid-tartalmat az anyagon. Eljárhatunk úgy is, hogy az anyagot egyszerűen vízzel öblítjük vagy más olyan műveletet végzünk, amely csökkenti a vízzeloldható anyag tartalmát.

50 Ha az anyagot a közbenső lépés során nedvesítettük, például a vizes oldattal történő oxidációkor, akkor előnyös, ha például 0–10% nedvességtartalomig megszáritjuk, de a szárítás ki is hagyható.

55 Az anyagot ezután egy második impregnálásnak vetjük alá, majd szárítjuk és kezeljük a fenti módon. A második impregnálás során újabb szerves foszforfelvétel történik, amely kevesebb, mint 20%, például 5–20%, úgymint 5–15%, és különösen 10–15% (THP-ionban kifejezve, az eredeti anyag tömegére számítva). A teljes szerves foszforfelvétel tehát az első és második ciklusban rendszerint 16–36%, például 20–28% (THP-ionban

kifejezve, az eredeti anyag tömegére számítva). Az ammóniával végzett rögzítés az első és második lépésben, amely 100 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleten történik, a szerves foszfor-származékot jelentős mértékben, például legalább 75%-ban térhálósítja. Az ammóniával végzett rögzítés után az anyagot rendszerint oxidációnak és mosásnak vetjük alá a fenti módon. Kívánt esetben a második ciklust egyszer vagy többször ismételtethetjük, előnyösen közbelső oxidálási vagy mosási műveletekkel, a fenti módon. Háromszoros vagy négyszeres kezelés előnyös lehet olyan anyagok esetén, amelyekben a cellulóz mellett a másik szál aránya magasabb, és az impregnálás híg szerves foszforoldattal történik. Végül az anyagot megszáritjuk, és a száraz anyagot 100 °C fölött, például 100–150 °C-on tovább hőkezeljük, ilyen hőkezeléssel az ammóniás rögzítés kiküszöbölhető. A kapott anyag teljes gyantartalma rendszerint 15–30%, például 20–25% (az eredeti anyag tömegére számítva), különösen olyan szöveteknél, amelyek tömege 150–400 g/m² és 22–70% poliésztert és 30–78% pamutot tartalmaznak. Az első lépésben előnyösen 20–85%, különösen 30–70 foszfort, míg a második lépésben 80–15%, különösen 70–30% foszfort alkalmazunk.

A kapott anyag, például szövet, alkalmazható munkaruhák, például overállok, kazánkezelő öltönyök és védőruhák, például egyenruhák készítésére, amelyek 30–70%, például 55–70% pamutot és 70–30%, például 45–30% poliésztert tartalmaznak, továbbá olyan háztartási szövetek, például lepedők és függönyök előállítására, amelyek 45–70%, például 45–55% pamutot és 55–45% poliésztert tartalmaznak.

Az anyagra számítva azonos mennyiségű foszfor-származék alkalmazásakor az anyag a második lépés után nagyobb százalékban tartalmaz kötött foszfort és jobb a lángállósági tulajdonságai, ha a találmány szerint az első és második lépés között oxidációt végzünk, különösen, ha a szerves foszfor-származék koncentrációja a vizes oldatban 5–25% (THP-ion), mint abban az esetben, ha egyetlen impregnálási lépést végzünk töményebb impregnáló oldattal. A találmány szerinti eljárásban tehát kisebb a foszforvesztés.

A találmány szerinti eljárással kezelt anyag elég gyantát tartalmaz ahhoz, hogy a legszigorúbb lángállósági szabványoknak, például BS 3120 sz. nagy-britanniai szabványnak megfeleljen, ami nem érhető el ugyanazon kiindulási anyagnál, ha egyetlen koncentrált oldattal végzett impregnálást, szárítást és ammóniás rögzítést végzünk. A találmány szerinti eljárással kapott anyag jobb tulajdonságokkal rendelkezik és kisebb a tartóssági csökkenése, mint az olyan anyagok, amelyek 100 °C fölötti hőkezelésen estek át.

A találmány szerinti eljárást a következő példákkal szemléltetjük a korlátozás szándéka nélkül.

Példák

Általános eljárás

A példákban ismertetett kísérletekben olyan munkaruhaszövetet alkalmaztunk, amely együttfonott pamut-poliészter-keverékből készült, és amelyet először enzimesen kezeltünk, majd lúggal mostunk.

A szöveteket 55–95% nedvességfelvételig impregnáltuk 4,5 pH-értéknél THP-klorid és karbamid 1 : 0,5 molarányú prekondenzátumának vizes oldatával. Az oldat az 1–5. példában 20,2 és 13,8% THP-ionnak megfelelő kondenzátumot tartalmazott, az A–E. példákban

pedig 34,3 vagy 27,2%-ot. Az impregnált szövetet ezután 4 percig 100 °C-on szárítottuk, és ammóniagázzal kezeltük egy, a 4 145 463 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban ismertetett berendezésben. A kapott szövetet ezután 3%-os vizes hidrogén-peroxid-oldatba mártottuk szobahőmérsékleten, és állni hagytuk 1 percig, majd nátrium-karbonát-oldattal semlegesítettük, vízzel leöblítettük és a fenti módon újra megszáritottuk. Ezután a szövetet megmértük, így megkaptuk a gyantafelvétel mértékét.

A 3–5. példában a fenti első lépésben kapott szövetet egy második lépésben újra impregnáltuk ugyanolyan oldattal, megszáritottuk, ammóniával kezeltük, oxidáltuk, semlegesítettük, öblítettük és megszáritottuk. Ezután a szövetet újra megmértük. Ugyanezt a műveletet végeztük az 1. és 2. példa szerinti szövettel, azzal a különbséggel, hogy hígabb impregnáló fürdőt alkalmaztunk, amely 18,2% THP-ionnak megfelelő kondenzátumot tartalmazott.

Az 1–5. példában két lépés után és az A–E. összehasonlító példában az első lépés után kapott szövetet lángállóságra vizsgáltuk mosás előtt és negyvenszer 93 °C-on végzett mosás után. A mosást a DIN 53920 számú szabványban leírt módon lágyvízzel végeztük. A lángállósági vizsgálatot a BS 3119 sz. nagy-britanniai szabvány szerinti módszerrel végeztük. Meghatároztuk az elszenesített hosszúságot is. Az eredményeket az 1. táblázatban foglaltuk össze. A gyantafelvétel az eredeti szövet tömegére vonatkoztatott százalékban van megadva. Az eredményből látható, hogy a két lépésben, hígított THP-fürdővel végzett kezelés sokkal jobb eredményt ad, mint az egy lépésben, töményebb THP-fürdővel végzett kezelés.

1. táblázat

Eredmények példaszám	1	2	3	4	5
szövet	olajzöld világos-festett zöld szávolý	zöld szávolý	zöld szávolý	zöld szávolý	zöld szávolý
Pamut/poliészter tömegaránya	50/50	50/50	70/30	65/35	55/45
tömeg g/m ²	225	300	240	238	233
1. lépés					
% THP ⁺ -ion a fürdőben	20,2	20,2	13,8	13,8	13,8
% nedvességfelvétel	63,8	59,6	87,8	88,0	88,0
% THP ⁺ -felvétel	12,9	12,0	12,1	12,1	12,1
% gyantafelvétel	12,9	11,9	11,8	12,1	12,1
2. lépés					
% THP ⁺ -ion a fürdőben	18,2	18,2	13,8	13,8	13,8
% nedvességfelvétel	61,2	57,9	97,0	93,4	97,9
% THP ⁺ -felvétel	11,1	10,5	13,4	12,9	13,5
% gyantafelvétel	11,8	11,8	12,1	11,7	12,5

1. táblázat folytatása

Eredmények példaszám	1	2	3	4	5
szövet	olajzöld festett zsávoly szatén	világos- zöld festett	zsávoly	zsávoly	zsávoly
Pamut/poliészter tömegaránya tömeg g/m ²	50/50 225	50/50 300	70/30 240	65/35 238	55/45 233
Teljes THP ⁺ - felvétel (1)+(2)	24,0	22,5	25,5	25,0	25,6
% teljes gyan- tafelvétel (1)+(2)	24,7	23,7	23,9	23,8	24,6
Elszenesített hosszúság (mm)					
BS3119 vég- termék	82	72	65	72	76
40 mosás után	95	80	70	70	75

Összehasonlító példa	A	B	C	D	E
% THP ⁺ -ion a fürdőben	34,3	34,3	27,2	27,2	27,2
% nedvesség- felvétel	65,2	61,2	83,4	82,8	85,2
% THP ⁺ -fel- vétel	22,4	21,0	22,7	22,5	23,2
% gyantafel- vétel	15,2	12,2	11,0	16,7	11,9
Elszenesített hosszúság (mm)					
BS3119 végter- mék	Bc	Bc	94	Bc	Bc
40 mosás után	Bc	Bc	Bc	Bc	Bc

BC – teljesen elég.

6–11. példa

Az 1–5. példa szerinti eljárást ismételtük, más szövetekkel és más THP-koncentrációkkal az első és második lépésben. Az eredményeket a 2. és 3. táblázatban foglaltuk össze.

2. táblázat

Példaszám	6	7
szövet	zsávoly	zsávoly
pamut/poliészter tömegaránya	55/45	75/25
tömeg g/m ²	260	260
1. lépés		
% THP ⁺ a fürdőben	17,6	15,1
% nedvességfelvétel	62	74
% THP ⁺ -felvétel	10,9	11,2

2. táblázat folytatása

Példaszám	6	7
szövet	zsávoly	zsávoly
5 pamut/poliészter tömegaránya	55/45	75/25
tömeg g/m ²	260	260
2. lépés		
% THP ⁺ a fürdőben	21,2	18,6
% nedvességfelvétel	53	60
% THP ⁺ -felvétel	11,2	11,2
Teljes THP ⁺ -felvétel (1)+(2)	22,1	22,4
15 % végtermék	3,60	3,46
Éghetőség	megfelelő	megfelelő

20 Megjegyzés: Éghetőségi vizsgálatot a DIN 66083 szabvány S-b osztálya szerint végeztünk, 40-szer 93 °C-on mosott anyagon.

3. táblázat

Példa	8	9	10	11
szövet	lepedő- vászon	zsávoly	zsávoly	zsávoly
Pamut/poliészter tömegaránya tömeg g/m ²	50/50 160	33/67 230	65/35 270	60/40 350
1. lépés				
% THP ⁺ a fürdőben	17,1	17,6	12,6	14,6
% nedvességfelvétel	65	62	88	76
% THP ⁺ -felvétel	11,1	10,9	11,1	11,1
2. lépés				
% THP ⁺ a fürdőben	17,6	18,1	13,1	14,6
% nedvességfelvétel	63	60	86	75
% THP ⁺ -felvétel	11,1	10,9	11,3	11,0
Teljes THP ⁺ -felvé- tel (1)+(2) lépés	22,2	21,8	22,4	22,1
45 % végtermék	3,18	3,35	2,93	3,07
Éghetőségi standard				
BS3120	D	A	C	C
BS6249 Index (B)	NT	C	C	C
AFNOR GO7-184	NT	B	C	C
Class (B)				

Megjegyzés: NT = nem vizsgáltuk.

55 Az éghetőségi szabvány eredményeit négy fokozattal jelöljük, a szövetnek megfelelően, amely megfelel az illető vizsgálatnak (A) végtermék, (B) 12 mosás 93 °C-on, (C) 50 mosás 93 °C-on, (D) 200 mosás 74 °C-on. A 93 °C-on végzett mosást a DIN 53920 számú szabvány szerint, a 74 °C-on végzett mosást pedig a BS 5651 számú nagy-britanniai szabvány 7.5.4. eljárása szerint végeztük.

12–15. példa és F összehasonlító példa

65 Az 1–5. példa szerinti eljárást ismételtük 50/50 poliészter-pamut zsávollyal, amelynek tömege 174 g/m², úgy, hogy a THP-ion felvétel lényegében azonos volt,

azonban különböző arányú az 1. és 2. lépésben. A szárítás ideje 1 perc 90 °C-on.

Az eredményeket a 4. táblázat tartalmazza.

4. táblázat

Példa	12	13	14	15	Főssze- sonlító példa
1. lépés					
% THP ⁺ a fürdőben	10	15	20	25	30
% THP ⁺ -felvétel	5,8	9,0	12,3	15,9	19,8
% gyantafelvétel	3,3	6,6	8,6	9,1	9,2
2. lépés					
% THP ⁺ a fürdőben	20	15	10	5	–
% THP ⁺ -felvétel	14,4	11,1	7,5	3,7	–
% gyantafelvétel	8,9	7,8	5,6	2,9	–
(1)+(2) lépés					
teljes % THP ⁺ -felvétel	20,2	20,1	19,8	19,6	19,8
% gyantafelvétel	12,2	14,4	14,2	12,0	9,2

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás cellulóz és más szálak keverékéből készült textilanyagok lángállóságának kialakítására oly módon, hogy a textilanyagot egy szerves foszfor-származék vizes oldatával impregnáljuk, amely tetrakis(hidroxi-alkil)-foszfónium-származék vagy ennek szerves nitrogéntartalmú vegyülettel alkotott vízzoldható kondenzátumának vizes oldata vagy az említett tetrakis(hidroxi-alkil)-foszfónium-származék és az említett szerves nitrogéntartalmú vegyület elegyének vizes oldata, a kapott impregnált textilanyagot megszáritjuk, a megszáritott impregnált textilanyagra a szerves foszfor-származékot ammóniával rögzítjük, *azzal jellemezve*, hogy az eljárást két, impregnálásból, szárításból és rögzítésből álló ciklusban végezzük, amelynek során az első ciklusban a textilanyag eredeti tömegére számítva 5–20% szerves foszfor-származékot [tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-ionban kifejezve] tartalmazó impregnált textilanyagot állítunk elő, és az első ciklus után oxidációt végzünk.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a második ciklusban az eredeti anyag eredeti tömegére számítva 5–20% szerves foszfor-származékot alkalmazunk, és 15–30% (az eredeti anyag tömegére számítva) gyantatartalmú terméket kapunk.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy kiindulási anyagként cellulóz és azzal keverhető szálakból álló, előnyösen poliészter, poliamid vagy ezek elegyéből álló szálakból készült anyagot alkalmazunk.

4. A 3. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy kiindulási anyagként cellulóz- és poliészterszálakból készült anyagot, és foszfónium-származékként tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-származékot alkalmazunk.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy mind az első, mind a második ciklusban az anyag tömegére számítva 5–15% szerves foszfónium-származékot viszünk fel az anyagra.

6. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az első ciklusban az összes felvehető foszfor-származék 30–70%-át, a második ciklusban pedig 70–30%-át visszük fel az anyagra.

7. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az első ciklusban az anyagot olyan vizes oldattal impregnáljuk, amely a szerves foszfor-származékot kevesebb, mint 25 tömeg% koncentrációban tartalmazza.

8. A 7. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy mind az első, mind a második lépésben az anyagot olyan vizes oldattal impregnáljuk, amely a szerves foszfor-származékot 10–22 tömeg% koncentrációban tartalmazza.

9. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az oxidációt vizes hidrogénperoxid-oldattal végezzük.

10. Az 1–9. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy szerves foszfor-származékként karbamid és tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-só kondenzátumát alkalmazzuk, amelyben a karbamid aránya a tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-ionra vonatkoztatva 0,05–0,6 : 1.

11. Az 1–10. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az ammóniás rögzítést úgy végezzük, hogy ammóniagázt kényszerítünk át az anyagon.

12. A 4–11. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy kiindulási anyagként 40–78% cellulózszálból és 22–60% poliészterszálból készült szövetet alkalmazunk.

13. A 4–11. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy kiindulóanyagként 30–62% cellulózszálból és 38–70% poliészterszálból készült szövetet alkalmazunk.