



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) **PI 0713202-6 A2**

(22) Data de Depósito: 11/07/2007
(43) Data da Publicação: 10/04/2012
(RPI 2153)



(51) *Int.Cl.:*
D06N 7/00
D06P 3/52
D06P 3/54

(54) **Título:** TAPETE E PROCESSOS PARA A PRODUÇÃO DE UM TAPETE

(30) **Prioridade Unionista:** 13/07/2006 US 60/830,941

(73) **Titular(es):** E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

(72) **Inventor(es):** GREGORY A. UROVE, JING C. CHANG,
JOHN J. KOZLOWSKI, STEVEN D. BEARE

(74) **Procurador(es):** CAROLINA NAKATA

(86) **Pedido Internacional:** PCT US2007015753 de
11/07/2007

(87) **Publicação Internacional:** WO 2008/020933de
21/02/2008

(57) **Resumo:** TAPETE E PROCESSOS PARA A PRODUÇÃO DE UM TAPETE. A presente invenção se refere a tapetes substancialmente livres de retardantes da chama que compreendem fios de poli(tereftalato de trimetileno) que possuem um veículo mínimo e, opcionalmente, um agente antiestático mínimo, a aos métodos para a fabricação de tais tapetes.

“TAPETE E PROCESSOS PARA A PRODUÇÃO DE UM TAPETE”

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção se refere a tapetes substancialmente livres de retardantes da chama fabricados de fibras de poli(tereftalato de trimetileno) que compreendem um veículo mínimo e, de preferência, um agente antiestático mínimo.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Os tapetes que compreendem filamentos contínuos texturizados (BCF) e/ou fios descontínuos são fabricados em uma variedade de maneiras conhecidas pelos técnicos no assunto. Tipicamente, uma série de fios são cabos torcidos juntos (cerca de 3,5 a 6,5 voltas por polegada (cerca de 1,38 a 2,56 voltas/ cm)) e fixado a quente em um dispositivo (tal como uma autoclave) e, então, acolchoado em um suporte primário. O adesivo de látex e um suporte secundário são então aplicados. Os tapetes do estilo fio cortado que possuem uma altura do fio entre cerca de 0,25 a 1 polegada (cerca de 0,64 a 2,54 cm), ou os tapetes do estilo fio em laço que possuem uma altura do fio entre cerca de 0,125 a 0,375 polegada (cerca de 0,318 a 0,953 cm), podem ser fabricados com fios BCF. Os pesos dos tapetes típicos estão entre cerca de 25 a 90 onças por jardas quadradas (cerca de 847,8 a 3051,9 g/m²).

Os tapetes fabricados a partir dos fios de poli(tereftalato de trimetileno) (“3GT” ou “PTT”) possuem uma resistência intrínseca à mancha comparável aos fios de poli(tereftalato de etileno) (“2GT”) e uma retenção da textura satisfatória e resistência à compressão. Ainda, os tapetes que compreendem fios 3GT possuem uma maciez superior e capacidade de tingimento comparado aos tapetes fabricados a partir dos fios 2GT, e maciez superior comparado aos tapetes fabricados a partir do náilon.

Os tapetes de poliéster são, em geral, tingidos com corantes dispersos com o auxílio de um veículo, que é um composto que têm por função

abrir a estrutura de um poliéster para melhorar a capacidade de tingimento com os corantes dispersos. O veículo é particularmente útil para melhorar a capacidade de tingimento 3GT em tonalidade escuras durante o tingimento contínuo.

5 Os agentes anti-estáticos são, em geral, bem conhecidos pelo técnico no assunto regular e, no contexto dos tapetes, são geralmente uma substância química aplicada topicamente, tipicamente de natureza higroscópica para reduzir os níveis estáticos. Os agentes antiestáticos são úteis para reduzir os níveis estáticos 3GT para aplicações de maior demanda, tais como salas de
10 computador e tapetes comerciais, sob o Método de Teste 134 (GSA) do American Association of Textile Chemists and Colorists (AATCC).

O veículo (e corante) e/ou agente antiestático são, em geral, aplicados no tapete pós acolchoado.

Idealmente, os tapetes de escala de laboratório são conhecidos
15 por possuírem uma classificação de inflamabilidade de Classe I, sem a necessidade dos retardantes de chama. Estes tapetes de escala de laboratório ideais também não contêm um veículo ou agente antiestático.

Os tapetes que compreendem fios 3GT, realmente utilizados nas aplicações contêm, tipicamente, ambos o veículo e o agente antiestático e não
20 satisfazem esta exigência de inflamabilidade sem a utilização de quantidades significativas de retardantes da chama. Os retardantes da chama, enquanto melhoram a classificação de inflamabilidade de um tapete, não são economicamente vantajosos, e seria desejável minimizar a quantidade de retardante da chama necessário enquanto ainda se retém as classificações de
25 inflamabilidade apropriadas.

DESCRIÇÃO RESUMIDA DA INVENÇÃO

Foi descoberto agora que os tapetes substancialmente livres de retardantes da chama podem ser produzidos a partir de fibras 3GT ao

minimizar a quantidade de veículo e de agente antiestático aplicado nas fibras 3GT.

De acordo com um aspecto da presente invenção, portanto, é apresentado um tapete que compreende um fio de poli(tereftalato de trimetileno), um sistema de reforço e um sistema adesivo, em que o fio de poli(tereftalato de trimetileno) compreende um veículo em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 3.000 ppm em peso do fio, e/ou um agente antiestático em uma quantidade de até cerca de 2.500 ppm e em que o tapete é substancialmente livre de retardante da chama.

De preferência, quando um veículo é utilizado, o veículo está presente em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 2.000 ppm, de maior preferência, em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 1.000 ppm e, de maior preferência, ainda, em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 500 ppm, em peso do fio.

De preferência, quando o agente antiestático é utilizado, ele está presente em uma quantidade de até cerca de 2.000 ppm, de maior preferência, de até cerca de 1.000 ppm e, de maior preferência, ainda, de até cerca de 760 ppm, em peso do fio. Quando o agente antiestático é utilizado, deve haver pelo menos algum agente antiestático (mesmo embora não tenha sido explicitado nenhum limite inferior) em uma quantidade que seja efetiva pelo menos na redução parcial da estática em conjunto com o efeito pretendido deste componente, conforme será reconhecido por um técnico no assunto.

Estes tapetes possuem, de preferência, uma classificação de inflamabilidade Classe I, conforme determinado pelo teste do tipo ASTM E648.

Outro aspecto é fornecer um primeiro processo para a produção de um tapete substancialmente livre de retardante da chama, conforme apresentado acima, que compreende as etapas de:

(a) produção de um tapete que compreende um fio de

poli(tereftalato de trimetileno), um sistema de suporte e um sistema adesivo;

(b) aplicação de um veículo ao fio de poli(tereftalato de trimetileno); e

(c) tingimento do fio de poli(tereftalato de trimetileno) que possui
5 um veículo aplicado ao mesmo.

Opcionalmente, o primeiro processo compreende uma etapa adicional de aplicação do agente antiestático ao fio de poli(tereftalato de trimetileno).

Outro aspecto é fornecer um segundo processo para a produção
10 de um tapete substancialmente livre de retardante da chama, conforme apresentado acima, que compreende as etapas de:

(a) produção de um tapete que compreende um fio de poli(tereftalato de trimetileno), um sistema de suporte e um sistema adesivo;

(b) tingimento do fio de poli(tereftalato de trimetileno); e

(c) aplicação de um veículo ao fio de poli(tereftalato de trimetileno).
15

Opcionalmente, o segundo processo compreende uma etapa adicional de aplicação de um veículo ao fio de poli(tereftalato de trimetileno) antes do tingimento.

Ainda, a etapa (a) nos métodos acima compreende, de
20 preferência, as etapas de:

(a1) acolchoar o fio de poli(tereftalato de trimetileno) em um suporte primário;

(a2) aplicar um adesivo látex ao suporte primário; e

(a3) aplicar um suporte secundário sobre o adesivo de látex.
25

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Todas as publicações, pedidos de patente, patentes e outras referências mencionadas no presente, caso não indicadas, são incorporadas

como referência no presente em sua totalidade para todos os propósitos como se totalmente apresentado.

Salvo indicações em contrário, todos os termos técnicos e científicos utilizados no presente possuem o mesmo significado que aquele comumente compreendido pelo técnico no assunto regular ao qual esta presente invenção se refere. Em caso de conflito, o presente relatório descritivo, incluindo as definições, irão controlar.

Exceto onde expressamente observado, as marcas comerciais são mostradas em letras maiúsculas.

Salvo indicações em contrário, todas as porcentagens, partes, proporções, etc, estão em peso.

Quando uma quantidade, concentração ou outro valor ou parâmetro é dado como um intervalo, o intervalo preferido ou uma lista de valores superiores preferíveis e valores inferiores preferíveis, deve ser entendido como descrevendo especificamente todos os intervalos formados a partir de qualquer par de qualquer limite de intervalo superior ou valor preferido e qualquer limite de intervalo inferior ou valor preferido, independentemente se os intervalos são descritos separadamente. Onde um intervalo de valores numéricos é citado no presente, salvo indicações em contrário, o intervalo é destinado a incluir seus pontos finais, e todos os números inteiros e frações dentro do intervalo. Não se pretende que o escopo da presente invenção seja limitado aos valores específicos citados na definição de um intervalo.

Quando o termo “cerca de” é utilizado na descrição de um valor ou um ponto final de um intervalo, a descrição deve ser entendida como incluindo o valor específico ou o ponto final referido.

Conforme utilizado no presente, os termos “compreende”, “compreendendo”, “inclui”, “incluindo”, “possui”, “possuindo” ou qualquer outra variação do mesmo, pretendem abranger uma inclusão não exclusiva. Por

exemplo, um processo, método, artigo ou equipamento que compreende uma lista de elementos não é necessariamente limitado apenas àqueles elementos, mas pode incluir outros elementos não expressamente listados ou inerentes a tal processo, método, artigo ou equipamento. Ainda, salvo expressamente
5 indicado em contrário, “ou” se refere a um ou inclusivo e não a um ou exclusivo. Por exemplo, uma condição A ou B é satisfeita por qualquer um dos seguintes: A é verdadeiro (ou presente) e B é falso (ou não presente), A é falso (ou não presente) e B é verdadeiro (ou presente), e ambos A e B são verdadeiros (ou presentes).

10 A utilização de “um” ou “uma” é empregada para descrever os elementos e componentes da presente invenção. Isto é realizado meramente por conveniência e para fornecer um sentido geral da presente invenção. Esta descrição deve ser interpretada como incluindo um ou pelo menos um e o singular também inclui o plural, a menos que seja óbvio o contrário.

15 Os materiais, métodos e exemplos no presente são apenas ilustrativos e, exceto conforme explicitamente afirmados, não pretendem ser limitantes. Embora os métodos e materiais similares ou equivalentes àqueles descritos no presente possam ser utilizados na prática ou no teste da presente invenção, os métodos e materiais apropriados são descritos no presente.

20 No contexto desta descrição, uma série de outros termos são utilizados.

“Tapete” conforme utilizado no presente, mas sem ser limitado a, tapetes fio cortado e fio em laço utilizados em aplicações residenciais e comerciais, tapetes automotivos, placas de carpete, e tapetes pequenos de
25 banheiro e área, fabricados a partir de fio de filamento descontínuo e/ou contínuo texturizado.

“Resistente à chama” conforme utilizado no presente significa qualquer aditivo e/ou na fibra e/ou no sistema suporte e/ou adesivo de látex

conforme é conhecido no estado da técnica para reduzir a tendência de um carpete queimar, continue a queimar ou flua após uma fonte de ignição ter sido removida. Os exemplos não limitantes de retardantes da chama utilizados na produção de tapetes incluem os compostos inorgânicos, incluindo, mas não
5 limitados a, trihidrato de alumínio (ATH), óxido de antimônio, borato de zinco e estanato de zinco; compostos orgânicos halogenados, incluindo, mas não limitados a, pentabromodifenil éter, octabromodifenil éter e hexabromobenzeno; e compostos de fosfato incluindo, mas não limitados a, fosfato de tribromopropila. As classificações de inflamabilidade se referem ao sistema de
10 classificação National Fire Protection Association's (NFPA) para a inflamabilidade dos materiais, NFPA 253, também conhecido como Método de Teste Federal 372 e American Society for Testing Materials ASTM E648.

Tipicamente, os retardantes da chama estão presentes na fibra e/ou no sistema de suporte e/ou no sistema adesivo de um tapete 3GT em um
15 intervalo de cerca de 2% a cerca de 6% em peso da fibra e/ou sistema de suporte (cerca de 20.000 ppm a cerca de 60.000 ppm). Por exemplo, tapetes 3GT contendo ATH medem tipicamente cerca de 2 a cerca de 4% em peso de alumínio, em peso do tapete. Os tapetes não contendo quantidades detectáveis de ATH geralmente contêm cerca de 1.755 ppm (0,1755%) de alumínio ou
20 menos. Os tapetes não contendo quantidades detectáveis de retardantes da chama contendo fósforo contêm, tipicamente, cerca de 1.100 ppm (0,11% em peso) ou menos fósforo e, em geral, no intervalo de cerca de 600 (0,06% em peso) a cerca de 1.100 ppm (0,11% em peso) de fósforo. Os tapetes não contendo quantidades detectáveis de retardantes da chama contendo zinco
25 contêm, tipicamente, cerca de 1.100 ppm (0,11% em peso) de zinco ou menos e, em geral, no intervalo de cerca de 120 ppm (0,012% em peso) a cerca de 1.100 ppm (0,11% em peso) de zinco. O termo "quantidade detectável de uma substância", conforme utilizado no presente, pode incluir uma quantidade de

substância detectável utilizando técnicas padrão conhecidas no estado da técnica relacionada para os propósitos de detecção da substância.

“Substancialmente livre de retardante da chama” conforme utilizado no presente significa menos de uma quantidade útil, isto é, uma
5 quantidade capaz de reduzir a tendência de um tapete de queimar, continuar a queimar, ou fluir após uma fonte de ignição ter sido removida, do retardante da chama e/ou na fibra e/ou no sistema de suporte e/ou no sistema adesivo. Uma quantidade útil de retardante da chama e/ou na fibra e/ou no sistema de suporte e/ou no sistema adesivo de um tapete 3GT é de mais de cerca de
10 20.000 ppm de retardante da chama (cerca de 2% em peso), em peso do tapete. Um “tapete substancialmente livre de retardante da chama” contém, de preferência, menos de cerca de 2.000 ppm (0,2% em peso), de maior preferência, menos de cerca de 1.000 ppm (0,1% em peso), de maior preferência, ainda, menos de cerca de 500 ppm (0,05% em peso), de maior
15 preferência, ainda, menos de cerca de 50 ppm (0,005% em peso) e, de maior preferência, ainda, 0 ppm de retardante(s) da chama (“livre de retardante da chama”), em peso do tapete.

Na ausência de uma indicação contrária, uma referência ao “poli(tereftalato de trimetileno)” (“3GT” ou “PTT”) pretende englobar os
20 homopolímeros e os copolímeros contendo pelo menos cerca de 70% em mol de unidade repetidas de tereftalato de trimetileno e composições poliméricas compreendendo pelo menos cerca de 70% em mol de homopolímeros e copolímeros. Os poli(tereftalato de trimetileno)s preferidos contêm pelo menos cerca de 85% em mol, de preferência, pelo menos cerca de 90% em mol, de
25 maior preferência, pelo menos cerca de 95% em mol, de maior preferência, ainda, pelo menos cerca de 98% em mol e, de maior preferência, ainda, cerca de 100% em mol de unidades repetidas de tereftalato de trimetileno.

O “fio de filamento contínuo texturizado de poli(tereftalato de

trimetileno)” ou “fio de filamento contínuo texturizado 3GT” ou “fio de filamento contínuo texturizado PTT” pode ser fabricado, por exemplo, pelos processos descritos dos documentos US 5.662.980, US 5.645.782, US 6.242.091, US 6.684.618 e US 2005/0147784 A1. Entretanto, qualquer método de fabricação de tal fio é aceitável, conforme é conhecido pelo técnico no assunto regular.

O “fio descontínuo de poli(tereftalato de trimetileno)” ou “fio descontínuo 3GT” ou “fio descontínuo PTT” pode ser fabricado, por exemplo, pelos processos descritos dos documentos US 6.752.945, US 6.458.455, US 6.641.916 e US 2004/0146711 A1. Entretanto, qualquer método de fabricação de tal fio é aceitável, conforme é conhecido pelo técnico no assunto regular.

“Veículo” conforme utilizado no presente significa um composto orgânico aromático cuja função é abrir a estrutura do 3GT, um poliéster aromático, para melhorar a capacidade de tingimento com corantes dispersos. Os exemplos de veículos incluem, mas não estão limitados a, benzoato de benzila; benzoato de bifenil butila; benzoato de butila; ftalimida de butila; N,N-dietil-m-toluamida (DEET); ftalato de dimetila; difenil éter; hexilbenzoato de 2-etila; benzoato de hexila; benzoato de isopropila; benzoato de octila; o-fenil fenol; ftalimida de propila; e tricloro benzeno. Nas realizações em que um veículo está presente, o veículo está presente no tapete em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 3.000 ppm em peso do fio de poli(tereftalato de trimetileno), de maior preferência, em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 2.000 ppm, de maior preferência, ainda, em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 1.000 ppm e, de maior preferência, ainda, em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 500 ppm.

“Agente antiestático” conforme utilizado no presente é uma substância química aplicada topicamente de natureza higroscópica. Os exemplos de agentes antiestáticos incluem, mas não estão limitados a, fosfatos de dibutila, dietanolamidas, aminas de ácido graxo terciárias etoxiladas,

compostos de óxidos de polietileno de cadeia longa, e compostos de amônio quaternário. A quantidade de agente antiestático em uma amostra de tapete é determinada por meios bem conhecidos pelos técnicos no assunto regular da arte relevante.

5 Por exemplo, o fosfato de dibutil residual é detectado pela Cromatografia Líquida de Alta Pressão (HPLC). Para os propósitos da presente invenção, os valores de fosfato de dibutila residual em ppm refletem o fosfato de dibutila compreendendo cerca de 75% do agente antiestático. Portanto, por exemplo, 500 ppm de fosfato de dibutila residual reflete o agente antiestático
10 estando presente no tapete em cerca de 666,7 ppm em peso de fio de poli(tereftalato de trimetileno). Nas realizações onde o agente antiestático está presente no tapete, o agente antiestático está presente em até cerca de 1.875 ppm de fosfato de dibutila residual (2.500 ppm de agente antiestático) em peso de fio de poli(tereftalato de trimetileno), de preferência, até cerca de 1.500 ppm
15 de fosfato de dibutila residual (2.000 ppm de agente antiestático), de maior preferência, até cerca de 750 ppm de fosfato de dibutila (1.000 ppm de agente antiestático) e, de maior preferência, ainda, até cerca de 570 de fosfato de dibutila residual (760 ppm de agente antiestático).

Nas realizações livre de um veículo, um método para a produção
20 de tapetes livres de retardante da chama compreende:

(a) acolchoar o fio de poli(tereftalato de trimetileno) para produzir um tapete;

(b) tingir dito tapete; e

(c) aplicar o agente antiestático em dito tapete.

25 O veículo e/ou o agente antiestático são, tipicamente (mas não sempre), aplicados ao tapete pós acolchoamento. A aplicação de um veículo e, opcionalmente, um agente antiestático ao tapete acolchoado pode ser realizada por qualquer método conforme é conhecido pelo técnico no assunto

regular. De preferência, um veículo é aplicado por adição a um banho de corante ou licor no tingimento em partes (batelada) e contínuo (intervalo), bem como por meio de um veículo residual nos tanques de enxágüe de um intervalo de corante contínuo. O agente antiestático é, de preferência, aplicado por aplicação em spray no tapete tingido após a extração e antes da secagem.

Os tapetes da presente invenção compreendendo um veículo podem ser tingidos por qualquer método conhecido por um técnico no assunto regular. Os métodos particularmente preferidos são aqueles utilizados para tingir tapetes compreendendo fios de poli(tereftalato de etileno). Em uma realização, a aplicação do veículo e o tingimento do tapete pode ser realizada de modo substancialmente simultâneo, de preferência, simultaneamente.

EXEMPLOS

A presente invenção é definida adicionalmente nos seguintes Exemplos. Deve ser entendido que estes Exemplos, embora indiquem as realizações preferidas da presente invenção, são dados apenas como meio de ilustração. A partir da discussão acima e destes Exemplos, um técnico no assunto pode verificar as características preferidas da presente invenção e, sem se desviar do espírito e do escopo do mesmo, pode realizar diversas mudanças e modificações da presente invenção para adaptá-la a diversos usos e condições.

O significado das abreviações é conforme segue: "h" significa hora(s), "min" significa minutos(s), "sec" significa segundo(s), "m" significa metro(s), "cm" significa centímetro(s), "g" significa grama(s), "oz" significa onça(s), "yd²" significa jarda(s) quadrada, "dpf" significa denier por filamento, "mg" significa miligrama(s), "kg" significa quilograma(s), "mL" significa mililitro(s), "µL" significa microlitro(s), "in" significa polegada(s), "3GT" significa poli(tereftalato de trimetileno), "2GT" significa poli(tereftalato de etileno), "mpm" significa metros por minuto, "rpm" significa revoluções por minuto, "ppm"

significa partes por milhão, e “% em peso” significa porcentagem em peso.

EXPERIMENTAL

Um fio de filamento contínuo texturizado (BCF) de 1.400 – 1.500 denier, 18 – 20 dpf, foi fiado a partir do polímero 3GT em uma temperatura de
5 fiação de cerca de 250° C e em uma velocidade de fiação de cerca de 2.500 a 3.500 mpm. A seção transversal da fibra era trilobal com uma Proporção de Modificação de 1,7 a 3,0.

Os fios de BCF foram torcidos em cabo em um nível de torção de cerca de 3,5 a 6 voltas por polegada (8,9 a 15,2 voltas/cm) e uma velocidade
10 de cerca de 4.500 a 7.000 rpm em uma máquina de torção de cabo. Os fios de BCF torcidos foram continuamente fixados por calor utilizando um túnel Superba equipado com um sistema de valor circulante. Um carretel de série exclusiva ou uma caixa de vedação convencional foram utilizados, com uma temperatura de pré texturização de cerca de 190 a 208° F (87,8 a 97,8° C) e
15 uma temperatura do túnel de cerca de 270 a 300° F (132,2 a 148,9° C). A velocidade da correia era de cerca de 10 a 20 mpm, e o comprimento do túnel era de 6 a 12 m.

Os tapetes de fio cortado residenciais de densidade média com um peso de base de 25 a 75 oz/yd² (847,8 – 2543,3 g/m²) foram acolchoados a
20 partir dos fios fixados a quente 3GT. A largura total (12 a 15 pés de largura (3,62 – 4,57 m)) foi tingida em intervalo continuamente em um pH de 4,0 a 8,0 em uma cor bege utilizando um vaporizador horizontal, ou foi tingido de outra maneira por um processo de tingimento por partes (tal conforme seria conhecido pelo técnico no assunto regular). De 0,5% a 5,0% do veículo em
25 peso do tapete, normalmente utilizado para tingir o poliéster 2GT, foi adicionado à mistura do corante. As substâncias químicas que foram utilizadas no tingimento e no acabamento do processo de tingimento estão listadas na Tabela 1. As substâncias químicas típicas foram utilizadas para o látex (83,5%

4. Velocidade do processo – 50 a 150 pés por minuto (15,2 – 45,7 mpm);

5. Início da cura a cerca de 425° F (218° C) e final a cerca de 320° F (160° C).

5

PROCESSO DE ANÁLISE DO VEÍCULO

As fibras da face foram cisalhadas do tapete, tal que não permaneceu nenhum material de suporte nas fibras. 1,0 g de fibra foi colocada em um frasco de tampa de rosca de 40 mL, que foi então preenchido com 20 mL de metanol. O frasco foi então colocado em um banho de água a 60° C por 2 horas, após o qual o frasco foi removido e deixado na temperatura ambiente. Uma pipeta descartável foi utilizada para transferir 2 mL de solução em um frasco de cromatografia a gás (GC). A solução foi então analisada por GC utilizando um procedimento de calibração padrão externo. Este procedimento determinou a concentração de um veículo.

15

PARÂMETROS DE INSTRUMENTAÇÃO

Condições do GC:

Modelo do GC: Agilent 6890

Coluna do GC: HP 5, 30 m x 0,25 mm x 250 mm

Condições do Forno: Temp. inicial = 40° C

20

Tempo inicial = 0 min

Velocidade = 10° C/ min

Temp. final = 200° C

Tempo final = 16 min

Proporção da divisão: 20,92: 1

25

Fluxo da divisão: 24,5 mL/min

Velocidade do fluxo: 1,0 mL/min

Modo do fluxo: fluxo constante

Gás do veículo: hélio

Temp. do detector (FID): 300° C

Fluxo de hidrogênio: 30 mL/min

Fluxo de ar: 400 mL/min

Fluxo combinado: 25,0 mL/min

5 Taxa de dados: 10 Hz

Volume de injeção: 1 µL

Modo de cálculo: Porcentagem Padrão Externo

Software: HP Chemstation Version A. 08.03

10 Frasco de extração: VWR Traceclean Precleaned, frasco de 40 mL, borossilicato claro

Solução de extração: metanol, EMD Science, para GC, cromatografia líquida de alta pressão (HPLC), espectrometria e análise de gradiente.

EXEMPLO 1

15 O teste da pílula de metamina é descrito no FF 1-70 conforme encontrado em 16 CFR § 1630 e também ASTM D-2859, Inflamabilidade de Superfície de Tapetes e Tapetes Pequenos.

O desempenho de queima descreve a distância média de queima dos totais do teste de pílula indicada nas Tabelas abaixo. Após a chama ter sido extinguida em uma amostra, foi realizada uma medida da queima, que era a distância mínima a partir extremidade queimada para um molde de metal circular de oito polegadas (a distância da queima). Tipicamente, uma amostra de tapete foi dividida em oito sub amostras, cada um do tamanho do molde de metal circular, e foi calculada uma distância da queima média com base nas medidas de queima média (a distância da queima). A distância da queima era, portanto, uma medida inversa da quantidade de uma amostra de tapete queimado; por exemplo, um tapete que não queima possuía uma distância de queima de 1,0 polegada, enquanto o tapete que queimou completamente do

20

25

centro do modelo de metal circular para as extremidades do molde de metal circular possuem uma distância de 0 polegada.

Conforme utilizado no presente, uma distância de queima média superior a 3 polegadas indica um desempenho excelente. Uma distância de queima média superior a 1,0 polegada a 3,0 polegada (desempenho de queima superior a 1 polegada em um “passe” sob o teste da pílula) indica um desempenho de queima marginal. Uma distância de queima média inferior ou igual a 1 polegada (falha no teste da pílula) indica um baixo desempenho de queima. Uma distância de queima média para as amostras de tapete 1 – 4 é apresentada na Tabela 2.

TABELA 2

Amostra do tapete	Estágio	Veículo (ppm)	Teste da pílula (passa/total)	Desempenho de queima	Distância de queima (pol) ¹
1	Acolchoado	0	5/5	Marginal	2,85
	Tingido	3968			
	Acabado	3557			
2	Acolchoado	0	7/8	Marginal	2,35
	Tingido	4328			
	Acabado	4062			
3	Acolchoado	0	8/8	Marginal	2,72
	Tingido	4077			
	Acabado	3651			
4	Acolchoado	0	7/8	Marginal	2,35
	Tingido	4843			
	Acabado	3617			

¹ A distância médio das extremidades da queimadura no molde circular – distância preferida > 3 polegadas.

Os exemplos na Tabela 2 eram resultados do teste da pílula típicos para os níveis de veículo residual no intervalo de 3500 a 4000 ppm para quatro tapetes de fio cortado residenciais diferentes. Os tapetes acolchoados deste modo não possuíam um veículo detectável, enquanto que os tapetes tingidos com uma pequena quantidade de veículo continham de 4.000 a 5.000 ppm do veículo. Após o acabamento (suporte/ látex), o veículo caiu visivelmente para o intervalo de 3.500 a 4.000 ppm. Em todos os casos, as distâncias da queimadura para os tapetes tingidos com 4.000 a 5.000 ppm de veículo foram relativamente baixas, isto é, < 3 polegadas, indicando um desempenho de queima marginal apesar de passar tecnicamente no teste da pílula. A produção comercial de veículo com estes resultados do teste da pílula marginal iria requerer um retardante da chama para assegurar os resultados consistentes.

TABELA 3

Amostra de tapete	Peso do tapete (oz/yd ²)	Peso do látex (oz/yd ²)	Veículo (ppm)	Teste da pílula (passa/total)	Desempenho de queima
5	26 (881,7 g/m ²)	28,2 (956,3 g/m ²)	368	8/8	Excelente
6	40 (1356,4 g/m ²)	30,7 (1041,0 g/m ²)	273	8/8	Excelente

As amostras do tapete na Tabela 3 eram resultados do teste da pílula típicos para diferentes tapetes de fio cortado residenciais contendo níveis de veículo residuais no intervalo de 25 a 400 ppm. As distâncias de queima eram tipicamente superiores a 3,5 polegadas, um

resultado excelente. As amostras de tapete contendo entre 25 a 3000 ppm de veículo passaram no teste da pílula e queimaram distâncias tipicamente superiores a 3,5 polegada, um resultado excelente, não requerendo a utilização de retardantes da chama. As amostras de tapete controle não
 5 contendo o veículo passaram no teste da pílula e queimaram distâncias superiores a 3,5 polegadas.

EXEMPLO 2

Para analisar o fosfato de dibutila residual, as amostras foram testadas utilizando um HPLC com um sistema de detecção espectrofotométrica
 10 de massa eletrospray de íon negativo (modo SIM). A fase móvel era água (contendo 200 mg/L de carbonato de amônio) com um gradiente de isopropanol. As amostras foram extraídas com água deionizada em um banho ultrassônico e filtradas antes da injeção (amostras quente ao toque quando removidas do banho após cerca de 1 hora). A coluna utilizada era um
 15 Hypercarb (Thermo Electron Corp., San Jose, Cal., EUA) 3 x 150 mm, 5 µm, a 80° C.

TABELA 4

Amostra do tapete	Tapete após o tratamento	Veículo (ppm)	Fosfato de dibutila (ppm)	Teste da pílula (passa/total)	Desempenho de queima
7	Controle	542	4200	5/8	Baixo
7A	Seco a 150° C por 1 hora	214	3200	2/8	Baixo
7B	Extração por água quente	413	570	8/8	Excelente

Uma amostra 7 do tapete controle 3GT foi topicamente tratada

com 3M Protective Chemical PM-1451 (disponível pela 3M Protective Materials Division, 3M Center, St. Paul, Minn., EUA) e agente antiestático. De uma perspectiva do fabricante de tapete, seria prático tingir um tapete 3GT no mesmo moinho acerca de do mesmo tempo que o tapete 2GT. Um
5 tapete 3GT tingido em tal moinho poderia absorver o veículo residual presente após um processo de tingimento 2GT. Portanto, a amostra de tapete contém uma pequena quantidade de veículo residual, 542 ppm, absorvido a partir do banho de enxágüe após um tingimento do tapete 2GT. A presença de uma quantidade relativamente alta, 4200 ppm, de agente
10 antiestático, conforme medido pelo fosfato de dibutila, era responsável pelo baixo desempenho no teste da pílula e pelo baixo desempenho de queima. Quando a amostra do tapete 7 foi aquecida a cerca de 150° C por cerca de 1 hora, um pouco do veículo foi removido junto com algum agente antiestático, mas o desempenho do teste da pílula e o desempenho de
15 queima ainda eram baixos (amostra do tapete 7A). Pelo fato de agente antiestático ser insolúvel em água, a extração em água quente (um procedimento de limpeza a vapor comum utilizado para limpar tapetes) reduziu significativamente o nível de agente antiestático, conforme medido pelo fosfato de dibutila residual, que resultou no desempenho aceitável do
20 teste da pílula (amostra do tapete 7B) e um excelente desempenho de queima.

Assumiu-se que o fosfato de dibutila compreendeu cerca de 75% do agente antiestático presente nas amostras do tapete. Portanto, para a amostra do tapete 7, o agente antiestático estava presente no
25 tapete em cerca de 5.600 ppm; para a amostra do tapete 7A, o agente antiestático estava presente no tapete em cerca de 4.267 ppm e, para a amostra do tapete 7B, o agente antiestático estava presente no tapete a cerca de 760 ppm.

TABELA 5

Amostra do tapete	Veículo (ppm)	Fosfato de dibutila (ppm) ²	Teste da pílula (passa/ total)	Desempenho de queima
8	74	< 150	8/8	Excelente
9	29	< 150	8/8	Excelente
10	52	< 150	8/8	Excelente
11	51	< 150	8/8	Excelente
12	33	< 150	8/8	Excelente
13	278	< 150	8/8	Excelente
14	185	< 150	8/8	Excelente

² O limite de detecção era de 150 ppm.

As amostras do tapete na Tabela 5 eram resultados do teste de pilha típicos para diferentes tapetes de fio cortado residenciais contendo o veículo residual no intervalo de 25 a 300 ppm e os níveis de agente antiestático residual inferiores a 150 ppm (limite de detecção) conforme medido pelo fosfato de dibutila residual. As distâncias queimadas eram tipicamente superiores a 3,5 polegadas, um resultado excelente.

REIVINDICAÇÕES

1. TAPETE, que compreende um fio de poli(tereftalato de trimetileno), um sistema de reforço e um sistema adesivo, em que o fio de poli(tereftalato de trimetileno) compreende um veículo em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 3.000 ppm em peso do fio, e/ou um agente antiestático em uma quantidade de até cerca de 2.500 ppm e em que o tapete é substancialmente livre de retardante da chama.

2. TAPETE, de acordo com a reivindicação 1, em que o fio de poli(tereftalato de trimetileno) compreende o veículo em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 2.000 ppm em peso do fio de poli(tereftalato de trimetileno).

3. TAPETE, de acordo com a reivindicação 1, em que o fio de poli(tereftalato de trimetileno) compreende o veículo em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 1.000 ppm em peso do fio de poli(tereftalato de trimetileno).

4. TAPETE, de acordo com a reivindicação 1, em que o fio de poli(tereftalato de trimetileno) compreende o veículo em um intervalo de cerca de 25 a cerca de 500 ppm em peso do fio de poli(tereftalato de trimetileno).

5. TAPETE, de acordo com uma das reivindicações de 1 a 4, em que o fio de poli(tereftalato de trimetileno) não compreende substancialmente o agente antiestático.

6. TAPETE, de acordo com uma das reivindicações de 1 a 4, em que o fio de poli(tereftalato de trimetileno) compreende o agente antiestático em uma quantidade de até cerca de 2.500 ppm em peso do fio de poli(tereftalato de trimetileno).

7. TAPETE, de acordo com a reivindicação 1, em que o fio de poli(tereftalato de trimetileno) compreende o agente antiestático em uma quantidade de até cerca de 2.500 ppm em peso do fio de poli(tereftalato de trimetileno) e nenhum veículo.

8. TAPETE, de acordo com uma das reivindicações de 1 a 7,

em que o tapete contém menos de cerca de 2.000 ppm (0,2% em peso) do(s) retardante(s) da chama, em peso do tapete.

9. TAPETE, de acordo com uma das reivindicações de 1 a 8, em que o tapete contém não mais de cerca de 1.755 ppm (0,1755% em peso) de alumínio, não mais de cerca de 1.100 ppm (0,11% em peso) de fósforo, e não mais de cerca de 1.100 ppm (0,11% em peso) de zinco, em peso do tapete.

10. TAPETE, de acordo com uma das reivindicações de 1 a 9, em que o tapete possui uma classificação de inflamabilidade Classe I, conforme determinado pelo teste do tipo ASTM E648.

11. PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UM TAPETE, substancialmente livre de retardante da chama, conforme definido em uma das reivindicações de 1 a 6 e 8 a 10, que compreende as etapas de:

(a) acolchoar o fio de poli(tereftalato de trimetileno) para produzir um tapete que compreende um fio de poli(tereftalato de trimetileno), um sistema de suporte e um sistema adesivo;

(b) aplicar o veículo ao fio de poli(tereftalato de trimetileno); e

(c) tingir o fio de poli(tereftalato de trimetileno).

12. PROCESSO, de acordo com a reivindicação 11, que compreende ainda a etapa de aplicar um agente antiestático ao fio de poli(tereftalato de trimetileno).

13. PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE UM TAPETE, substancialmente livre de retardante da chama, conforme definido em uma das reivindicações de 1 a 4 e 6 a 10, que compreende as etapas de:

(a) acolchoar o fio de poli(tereftalato de trimetileno) para produzir um tapete que compreende um fio de poli(tereftalato de trimetileno), um sistema de suporte e um sistema adesivo;

(b) tingir o fio de poli(tereftalato de trimetileno); e

(c) aplicar um agente antiestático ao fio de poli(tereftalato de trimetileno).

14. PROCESSO, de acordo com a reivindicação 13, que compreende ainda a etapa de aplicar um veículo ao fio de poli(tereftalato de trimetileno) antes do tingimento.

15. PROCESSO, de acordo com uma das reivindicações 11 a 14, em que a etapa de acolchoamento (a) compreende as etapas de:

(a1) acolchoar o fio de poli(tereftalato de trimetileno) em um suporte primário;

10 (a2) aplicar um adesivo látex ao suporte primário; e

(a3) aplicar um suporte secundário sobre o adesivo de látex.

RESUMO**“TAPETE E PROCESSOS PARA A PRODUÇÃO DE UM TAPETE”**

A presente invenção se refere a tapetes substancialmente livres de retardantes da chama que compreendem fios de poli(tereftalato de trimetileno) que possuem um veículo mínimo e, opcionalmente, um agente antiestático mínimo, a aos métodos para a fabricação de tais tapetes.