



(11) FREMLÆGGELSESSKRIFT 142243

DANMARK

(51) Int. Cl.³ D 06 M 11/00



(21) Ansøgning nr. 2595/74 (22) Indleveret den 13. maj 1974

(24) Løbedag 13. maj 1974

(44) Ansøgningen fremlagt og
fremlæggelsesskriftet offentliggjort den 29. sep. 1980

DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

(30) Prioritet begæret fra den
15. maj 1973, 23119/73, GB

(71) I.W.S. NOMINEE COMPANY LIMITED, Wool House, Carlton Gardens, London S.W.1, GB.

(72) Opfinder: Ladislav Benisek, 35 West View Avenue, Burley-in-Wharfedale, Ilkley, Yorkshire, GB.

(74) Fuldmægtig under sagens behandling:

Kontor for Industriel Eneret v. Svend Schønning.

(54) Fremgangsmåde til forbedring af flammeresistensen hos keratinholdige tekstilmaterialer.

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde af den i krav 1's indledning angivne art til forbedring af flammeresistensen hos keratinholdige tekstilmaterialer, herunder uld.

Naturligt forekommende keratinfibre, fx fåreuld, udviser en høj grad af naturlig flammehæmning p.g.a. det forholdsvis høje indhold af nitrogen og fugtighed, høje antændelsestemperaturer (570-600°C), lave forbrændingsvarme, lave flammtemperaturer og høje begrænsende oxygenindex.

Uldtextilstoffers prøveresultater ved forskellige prøvemethoder som bruges for tiden afhænger af den specielle prøvemethode og tekstilstoffets konstruktion. En vandret prøvemethode

er langt mindre krævende end en 45° metode eller en lodret prøve (dvs. prøver hvor stoffet danner en vinkel på 45° med det vandrette plan eller står lodret). De fleste uldtextiler vil bestå en vandret prøve, men kan eventuelt ikke bestå visse 45° prøver eller lodrette prøver. Indflydelsen af tekstilstoffets konstruktion er også meget betydningsfuld; jo tættere og tungere tekstilstoffet er, desto lavere er brændbarheden.

Det følger heraf at uld i visse tilfælde behøver en flammeresistensbehandling for at bestå særlige brændbarhedsspecifikationer og prøvemethoder.

I DE-OS 2.212.718 er der beskrevet en flammeresistensbehandling hvor uld behandles med et anionisk zirkonium-komplex. I DE-OS 2.152.196, der svarer til DK-PA 4978/71 er der beskrevet en lignende proces ved hvilken der bruges titankomplekser.

De flammeresistensbehandlinger, der er beskrevet i nævnte patentansøgninger, er baseret på at anioniske fluor-, karboxylat- og hydroxykarboxylatzirkonat- eller titanatkomplekser ved udtrækningsmetoden påføres uldfibre. Disse behandlinger er tilstrækkeligt effektive til at give flertallet af heluldne textiler flammeresistens til tilfredsstillelse af en særlig brændbarhedsspecifikation.

Der er imidlertid visse tilfælde hvor behandlingen ikke er tilstrækkeligt effektiv, nemlig i tilfælde af harpiksbehandlet uld, uldrige blandinger indeholdende under 90% uld og uld farvet med ftalocyaninfarver.

Det har nu overraskende vist sig at behandlingen i sådanne tilfælde kan gøres mere effektiv, hvis ifølge opfindelsen materialet tillige behandles med et anionisk kompleks af wolfram i den sure opløsning, fortrinsvis ved pH under 3,5. Det har nemlig vist sig, som det nærmere fremgår af eksemplerne i nærværende beskrivelse, at der består en synergistisk virkning mellem de anioniske komplekser af titan eller zirkonium på den ene og de anioniske komplekser af wolfram på den anden side.

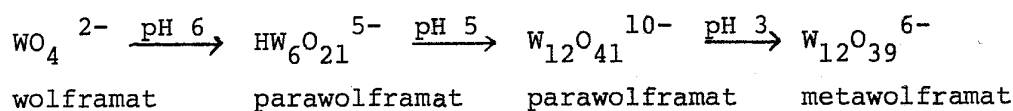
Det skal i denne forbindelse nævnes at det fra FR-PS 1.418.288 er kendt generelt at bruge kemiske komplekser til flammebekæmpelse, og wolframkomplekser fremhæves. Det nævnes i skriftet at en vandig opløsning af et wolframkomplex med neutral til basisk pH kan bruges til flammehæmning af sarte ma-

aterialer som fx silke, men nærmere oplysninger gives ikke, og intet er antydnet som synergistiske egenskaber mellem forskellige komplekser.

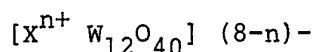
Det fremgår af de ovennævnte offentliggørelseskrifter at fluorkomplekser og organiske chelatkomplekser af titan eller zirkonium er velegnede til de der beskrevne flammeresistens-behandlinger, og det har nu vist sig at isopolywolframater og heteropolywolframater er særlig velegnede som wolframkomplekser ved behandlingen. Man går derfor ifølge opfindelsen særlig hensigtsmæssigt frem som angivet i krav 2. Det har i øvrigt vist sig at en sådan behandling også giver det keratinholdige materiale en væsentlig forbedret fasthed over for alkali og vask.

Ganske særlig gode resultater opnås når der som wolframkomplex anvendes et heteropolywolframat i form af et kompleks af wolframater med karboxylsyrer, fx oxalsyre, eller hydroxykarboxylsyrer, fx citronsyre eller vinsyre. Dette forhold i kombination med den omstændighed at det er meget hensigtsmæssigt at fremstille komplekserne in situ gør at man ifølge opfindelsen særlig hensigtsmæssigt anvender en opløsning der er fremstillet som angivet i krav 3.

Isopolywolframater dannes i vandige opløsninger af wolframater ved nedsættelse af pH-værdien. Således kan et simpelt wolframat omdannes til forskellige parawolframater og metawolframater:



Heteropolywolframater dannes når wolframatoopløsninger indeholder andre uorganiske eller organiske anioner eller metalioner. En typisk formel for heteropolywolframater er:



hvor X betegner P, As, Si, Sn, Ti, Zr, B, Mn, Al, Fe, Cr, Co, Ni eller Cu.

De nævnte wolframatkomplekser er flammeretarderende hvis de påføres på uld i en anionisk form fra en opløsning med en pH-værdi på under 3,5, fortrinsvis under 3. Flammeresistenseffekten forbedres væsentligt på grund af den synergistiske effekt, når det anioniske wolframatkompleks påføres på uld samtidig med et anionisk zirkoniumkompleks eller titaniumkompleks.

Det har dog vist sig at behandlingen ikke i alle tilfælde er fuldt effektiv hvis ikke materialet behandles et vist minimum af tid ved en mindste temperatur på 30°C. Man går derfor ifølge opfindelsen hensigtsmæssigt frem som angivet i krav 4. Fortrinsvis bruges en badtemperatur på 60°C.

Wolframatkomplekserne er tilgængelige i handelen (fx fosforwolframsyre) eller de kan dannes in situ ved at man opløser natriumwolframat i vand og derefter tilsætter tilstrækkelig meget syre (dannelse af isopolywolframater) eller fosforsyre, borsyre, citronsyre, oxalsyre eller citronsyre (dannelse af heteropolywolframater).

Det foretrækkes at bruge heteropolywolframater fordi de har særdeles god fasthed mod lys når de overføres på uldfibre. Nogle isopolywolframater bevirker ved påførsel på uld kraftig misfarvning når de udsættes for ultraviolet lys. Selv om denne misfarvning er reversibel, dvs. at den gradvis forsvinder når kilden til det ultraviolette lys fjernes, kan den ændre farvetonen af ufarvet uld og uld farvet til lyse toner når disse stoffer udsættes for lys. I forbindelse med visse anvendelser eller ved mørke farvetoner behøver dette imidlertid ikke at være betydningsfuldt.

Wolframatkomplekserne kan tilføres ved udtrækning under anvendelse af konventionelt maskineri til farvning af tekstiler (fx dollyer, haspelfarveapparater, bomfarveapparater, strenggarnsfarvemaskiner eller oplægningsenhedsfarveapparater) eller ved foulardering eller sprøjtning.

Behandlingsmaterialet kan påføres fibre på et hvilket som helst ønsket tidspunkt under tekstilbehandlingen, men normalt vil det ske ved textilefterbehandlingen.

For at opnå den bedste flammeresistenseffekt som er mest stabil mod vask, er det altså ønskeligt at tilfredsstille følgende betingelser der bidrager til at give vellykket udtrækning

og reaktion af wolframatkomplekset på uldfibrene.

1. Wolframmet skal være til stede i opløsning som anion.
2. pH-værdien af behandlingsbadet bør være under 3,5. Det antages at dette giver aminogrupperne i uldfibrene positiv ladning. Disse positivt ladede aminogrupper vil tiltrække de negativt ladede wolframatkomplekser.
3. Påføringen af de anioniske wolframatkomplekser udføres ved en vis minimumstemperatur (30°C) og i en vis minimumstid (10 min.) for at give god udtrækning og fixering af wolframatkomplekset på uldfibrene.

Hvis en af disse betingelser ikke tilfredsstilles, kan det ske at flammeresistensbehandlingen ikke bliver ganske vellykket.

Behandlingen med et wolframkomplex og et titan- eller zirkoniumkomplex kan udføres samtidig med farvning under anvendelse af farvestoffer som udtrækkes med tilfredsstillende resultater ved lave pH-værdier (fx syreegaliserings og 1:1 præmetalliseret farvestof). Man går derfor hensigtsmæssigt frem som angivet i krav 5, idet der herved opnås en fordelagtig forenkling af den samlede behandling. De mekaniske egenskaber af uld behandlet med wolframatkomplekser ligner meget egenskaberne af uld behandlet med syrefarvestoffer.

Selv om behandlingen ifølge opfindelsen er særlig vel egnet til uld, kan den bruges til andre keratinmaterialer såsom alpaka, silke, cashmere, mohair, læder eller naturlige hår. I sidstnævnte tilfælde kan behandlingen være nyttig til flammeresistensbehandling af parykker.

Wolframkomplekset kan som nævnt sættes direkte til behandlingsvæsken, eller dannes in situ. Når det skal dannes in situ kan der sættes et alkalimetallwolframat til den syrnede væske. Under disse sure betingelser dannes der et polywolframat, og hvis der er yderligere reaktive stoffer til stede såsom karboxylsyre eller hydroxykarboxylsyre, vil der blive dannet et heteropolywolframat. Vandigt natriumwolframat har fx i sig selv en pH-værdi på 8 eller 9, hvilket er meget for meget til at give ordentlige resultater ved flammeresistensbehandlingen.

Den lave pH-værdi kan frembringes ved hjælp af en af reaktanterne, eller den kan fremkaldes ved tilsætning af en syre

såsom myresyre eller en mineralsk syre.

Behandling med wolframatkomplekserne giver flammeresistens i sig selv, men når den bruges i forbindelse med den kendte titan- eller zirkonbehandling, sker der en udtalt forbedring af flammeresistensegenskaberne i sammenligning med disse behandlinger hver for sig. Behandlingerne med wolfram og titan eller zirkon har synergistisk eller katalytisk virkning på hinanden; virkningen af de forenede behandlinger er langt større end man ville vente.

Der er udført forsøg som har vist at når uld behandles med kaliumfluorzirkonat ved 70°C og pH 2,5, trækker ca. 75% af fluorzirkonattet over på ulden. Hvis forsøget gentages med tilsætning af et isopolywolframat eller heteropolywolframat til badet, stiger udtrækningen af det anioniske zirkoniumkomplex på fibrene til ca. 95% og også ca. 95% af wolframkomplekset afsættes på fibrene. Virkningen af den kombinerede behandling er således langt større end man ville vente ved anvendelse af enten zirkonbehandlingen eller wolframbehandlingen alene.

Som allerede nævnt er de tidligere foreslåede behandlinger med zirkon- eller titankomplekser tilstrækkelige til de fleste formål, men den kombinerede behandling med komplekser af wolfram og titan eller zirkon er særlig fordelagtig i følgende tilfælde:

Uld behandles ofte med forskellige harpikser for at modificere eller forbedre dens egenskaber. Harpiksbehandlinger kan bruges for at give sådanne egenskaber som krymperesistens, dimensionsstabilitet, "permanent press" (varige pressefolder), smudsafvisning og vandafvisning. Blandt sådanne harpikser kan nævnes polytioler såsom "Oligan", isocyanater og blokerede isocyanater såsom "Synthappret LKF", alifatiske polyamin-epiklorhydrin-harpikser såsom "Hercosett" ("Synthappret" er, "Oligan" og "Hercosett" er ikke i Danmark indregistrerede varemærker) acrylstoffer, polybutadiener og siliconer. De fleste af disse har tendens til at gøre ulden mere brændbar, og selv om den har fået en flammesikringsbehandling, kan harpiksbehandlet uld falde igennem ved nogle flammepróver. Når harpiksbehandlet uld imidlertid får den foretrukne kombinerede zirkon- eller titanbehandling og wolframbehandling i henhold til opfindelsen, opnås der ypperlig flammeresistens.

Titanprocessen eller zirkonprocessen alene vil som regel give flammeresistensegenskaber til blandinger indeholdende mindst 85% uld, men de fleste andre fibre er mere brændbare end uld og forøger blandingsens brændbarhed. Imidlertid vil den kombinerede wolfram/titan- eller zirkonproces give tilstrækkelig flammeresistens til blandinger indeholdende så lidt som 50 eller 60% uld. Vigtige eksempler på sådanne blandinger er 65/35 uld/polyester 70/30 uld/nylon og 80/20 uld/polyester.

Med visse heluldne tekstilstoffer, fx sådanne med en meget åben konstruktion eller ved langluvede tæpper med lav tæthed såsom langluvede gulvtæpper eller sengetæpper med lav tæthed, har det været vanskeligt at tilfredsstille de strengeste flammepróver, selv efter flammeresistensbehandling. Imidlertid giver den foretrukne kombinerede behandling ifølge den foreliggende opfindelse tilstrækkelig flammesikring til sådanne tekstilstoffer. På lignende måde kan tekstilstoffer som behøver en alkalisk efterbehandling, fx for at gengive ftalocyanin-farvestoffer den oprindelige farvetone også effektivt flammesikres ved den foretrukne kombinerede proces, mens ved en titanbehandling eller zirkonbehandling alene den alkaliske behandling væsentligt nedsætter flammeresistenseffekten.

Wolframkomplekset i kombination med et anionisk kompleks af zirkon eller titan giver ifølge opfindelsen de bedste resultater når behandlingen fortsættes indtil textilmaterialet har optaget 0,5-6% wolfram og 2-10% zirkonium eller 1-5% titan regnet på vægten af fibre. Særlig fordelagtigt påføres ca. 3% wolfram og ca. 8% zirkonium eller ca. 4% titan. Mængdeforhold W:Zr på ca. 3:8 og W:Ti på ca. 3:4 foretrækkes i særlig grad på grund af den særligt effektive udtrækning der opnås herved.

De øvre koncentrationsgrænser er ikke kritiske, men der opnås kun ringe yderligere effekt ved at bruge mængder af flammehæmmende midler udover de anførte øvre grænser. Desuden kan for store mængder af disse komplekser give anledning til ændring i textilmaterialernes håndteringsegenskaber.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen skal i det følgende belyses nærmere ved nogle eksempler.

Eksempel 1

Et tæppegarn af heluld og farvet med ftalocyaninfarvestof (Cibacrolan[®] blå 8 G~ CI Acid Blue 185) blev behandlet i fed-form ved pH 2,6 i 30 min. ved 60°C i et bad indeholdende (alt regnet som vægt% på uldvægten (uv)):

5% kaliumfluorzirkonat

3% natriumwolframat

1% borsyre

10% 37% salttsyre

efterfulgt af en skylning med vand.

Efter behandlingen havde ulden en grøn farvetone i stedet for den oprindelige blå farvetone på grund af behandlingsbadets lave pH-værdi. En efterbehandling med 14% natriumbikarbonat (uv) i 20 min. ved 40°C reablerede den oprindelige farvetone. Et højluvet tæppe fremstillet af det behandlede garn bestod let den amerikanske tablet-test standard DOC FF 1-70 med en forkulningslængde på 2,5 cm. Da det samme garn blev behandlet uden tilsætning af natriumwolframat kunne det samme højluvede tæppe ikke bestå samme standardprøve idet forkulningslængden var 15 cm.

Eksempel 2

Dette eksempel belyser den samtidige behandling og farvning af et enkelt heluldent jerseytextilstof krympefastbehandlet med "Synthappret LKF".

Textilstoffet behandledes og farvedes i en haspel indeholdende følgende, alle regnet i vægt% på uldvægten:

8% kaliumfluorzirkonat

3% natriumwolframat

0,3% fosforsyre

1% borsyre

10% salttsyre

2% Neopolargult 4GL (ej i Danmark indregistreret varevaremærke; ~ CI Acid Yellow 166)

Behandlingen fandt sted ved pH 2,7 og startede ved en temperatur på 30°C, hvorefter badet bragtes til kogning i løbet af 30 min. og kogte i 45 min. hvorefter der foretoges en skyl-

ning med vand.

Natriumwolframatet og fosforsyren tilsattes som en i forvejen opløst blanding til badet efter de andre kemikalier.

Det behandlede tekstilstof afprøvedes ved en lodret flammeprobe, Method 5902 Federal Specification CCC-T 19 lb 1951, med en antændelsestemperatur på 12 sekunder. Brændetiden var 1 sekund og forkulningslængden 7 cm, hvilket let tilfredsstiller den givne fordring som er max. brændetid 15 sekunder, max. forkulningslængde 20 cm. Samme tekstilstof behandlet uden tilsætning af natriumwolframat kunne ikke bstå den samme prøve, idet hele længden brændte i løbet af 30 sekunder.

Eksempel 3

Et heluldens dobbelt jerseytextilstof som var krympebehandlet med "Hercosett" harpiks flammeresistensbehandledes ved pH 2,5 i 30 min. ved 75°C indeholdende følgende ingredienser (anført i vægt% i forhold til uldvægten):

- 7% zirkoniumoxyklorid
- 2% ammoniumbifluorid
- 3% citronsyre
- 5% natriumwolframat
- 7% saltsyre

efterfulgt af 1 skylning med vand.

Efter at være blevet tørret afprøvedes det behandlede tekstilstof ved den i eksempel 2 nævnte lodrette flammeprobe. Brændetiden var 0 sek. og forkulningslængden 6 cm. Efter 20 afvaskninger ved 40°C i en uldfarvningsvaskemaskine var brændetiden 1 sek. og forkulningslængden 7,5 cm. Det samme tekstilstof behandlet med samme ingredienser, dog uden tilsætning af natriumwolframat, bestod den lodrette flammeprobe før vasken, men kunne ikke bestå den efter 5 vaskninger ved 40°C.

Eksempel 4

Dette eksempel belyser flammeresistens behandling af en uldrig blanding.

Et vævet tekstilstof indeholdende 65% uld- og 35% polyesterfibre behandledes i en haspel som i eksempel 2, men behandlings-

badets temperatur holdtes på 75°C og der indgik ikke noget farvestof.

Det behandlede tekstilstof bestod den lodrette standardflammeprøve som er nævnt i eksempel 2. Uden tilsætning af natriumwolframatet kunne tekstilstoffet ikke bestå den samme brændbarhedsprøve.

Eksempel 5

Et vævet tekstilstof af 70/30 uld/nylon behandledes som i eksempel 2, idet dog kaliumfluorzirkonat erstattedes med 5% kaliumfluortitanat (regnet på uldvægten) og temperaturen under behandlingen holdtes på 70°C. Det behandlede tekstilstof bestod den foran angivne standardprøve, medens stoffet ikke kunne bestå denne prøve uden tilsætning af wolframatet.

Eksempel 6

Dette eksempel belyser wolframatbehandlingen ved påføring ved foulardering.

En opløsning indeholdende følgende bestanddele påførtes et 80/20 uld/polyester vævet tekstilstof til en optagelsesgrad på 70% til opnåelse af følgende impregneringsgrad, at regne på uldvægten:

7% zirkoniumoxyklorid

3% ammoniumbifluorid

5% natriumwolframat

2% myresyre

Efter påføring ved foulardering tørredes tekstilstoffet ved 110°C, det skylledes i koldt vand i en haspel til fjernelse af overskydne kemikalier og tørredes på ny. Ved et svagt anderledes forsøg henstod tekstilstoffet partivis ved 20°C i 4 timer efter påføringen og blev derefter skyllet og tørret.

I begge tilfælde bestod tekstilstoffet den lodrette flammeprøve som er beskrevet i eksempel 2 med en brændetid på 2 sek. og en forkulningslængde på 8 cm.

Eksempel 7

Et heluldent enkelt jerseystof som var krympægthedsbehandlet ved den kontinuerlige "Dylan" [®] GRC harpiksbehandling flammeresistensbehandlede med følgende (regnet på uldvægten):

- 7% zirkoniumoxyklorid
- 2,5% ammoniumbifluorid
- 2,5% citronsyre
- 7% saltsyre
- 3% natriumwolframat

Veskeforholdet var 1:15, pH-værdien 2,5, behandlingstiden 30 min. ved 70°C, det hele efterfulgt af én skylning med vand.

Det behandlede tekstilstof tilfredsstillede let kravene ved den brændbarhedsstandardprøve, der er nævnt i eksempel 2, både før, mellem og efter 50 vaskninger ved 40°C. Krympefasthedsbehandlingen påvirkedes ikke af flammeresistensbehandlingen.

"Dylan" behandlingen består i samtidig behandling med klor og en polymer ved foulardering og er beskrevet i GB-PS 1.430.595.

Eksempel 8

Et heluldent dobbelt jerseystof som var krympægthedsbehandlet ved den portionsvise "Dylan" GRB harpiksbehandling flammeresistensbehandlede ved den i eksempel 7 beskrevne fremgangsmåde.

Efter behandlingen tilfredsstillede tekstilstoffet de brændbarhedsfordringer der er nævnt i eksempel 2, både før og efter 50 vaskninger. Der iagttoges ingen ugunstig virkning på krympægthedsegenskaberne.

Eksempel 9

Dette eksempel viser foreneligheden af zirkon-wolframbehandlingen med en silikoneharpiksbehandling. Et heluldent vævet tekstilstof flammeresistensbehandlede med følgende ingredienser, idet mængderne er regnet på uldens vægt:

10% kaliumfluorzirkonat
10% saltsyre (37% s)
3% citronsyre)
3% natriumwolframmat) forblanding

Væskeforholdet var 1:20, pH 2,5, behandlingstiden 30 min. ved 65°C, efterfulgt af én skylning med vand.

Efter tørring krympægthedsbehandlede en del af det flammeresistensbehandlede tekstilstof i en kommerciel kemisk rensningsmaskine med DC 109 silikone-efterbehandlingsmateriale. Både før og efter krympægthedsbehandlingen tilfredsstillede tekstilstoffet den i eksempel 2 angivne standard-brændbarhedsprøve med en brændetid på 2 sek. og en forkulningslængde på 6,5 cm. Filtningskrympningen af det tekstilstof der ikke var blevet krympægthedsbehandlet var 25%, medens den krympægthedsbehandlede prøve havde en filtningskrympning på 2% efter 3 timers vask i en 15 liter stor vaskemaskine ved 40°C, pH 7.

Eksempel 10

Samme tekstilstof som i eksempel 9 blev først harpiksbehandlet med samme silikonemateriale efterfulgt af flammeresistensbehandlingen som beskrevet i eksempel 9. Det flammeresistensbehandlede stof havde en brændetid på 1 sek. og en forkulningslængde på 7 cm mens en prøve som kun fik krympægthedsbehandlingen ikke bestod den standard-flammeprøve som er angivet i eksempel 2.

Eksempel 11

Dette eksempel belyser flammeresistensbehandling af en uldrig blanding. Et uldtæppe indeholdende 65% uld og 35% rayon behandlede i en haspel med følgende, beregnet på uldvægten:

9% kalkumfluorzirkonat
10% saltsyre 37% s
3% vinsyre)
3% natriumwolframmat) forblandede

Væskeforholdet var 1:25, pH 2,7, behandlingstid 30 min. ved 50°C efterfulgt af én skylning med vand.

Brændetiden af det behandlede tæppe var 1 sek. og forkulningslængden 3 cm ved afprøvning ved den lodrette flammeprøve som er angivet i eksempel 2.

Eksempel 12

Et møbelpolstringsstof indeholdende 75% uld og 25% polyakrylfibre behandlede i en haspel med følgende, regnet på uldvægten:

- 4% fluortitansyre
- 5% saltsyre
- 3% oxalsyre
- 3% natriumwolframat

Væskeforholdet var 1:30, pH 2,9, behandlingen 30 min. ved 70°C efterfulgt af én skylning med vand.

Det behandlede tekstilstof bestod den brændbarhedsprøve som er angivet i eksempel 2 med en brændetid på 4 sek. og en forkulningslængde på 9 cm.

Selv om blandingerne i nogle af de eksempler hvor der er behandlet blandinger indeholdt mere end 50% uld vil det forstås at hvor ubrændbare fibre såsom asbest eller glas udgør en del af blandingen, så kan uldmængden nedsættes uden forringelse af flammeresistensegenskaberne.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåde til forbedring af flammeresistensen hos keratinholdige tekstilmaterialer, ved hvilken materialet behandles med en sur opløsning indeholdende et anionisk kompleks af titan eller zirkonium, k e n d e t e g n e t ved at materialet tillige behandles med et anionisk kompleks af wolfram i den sure opløsning, fortrinsvis ved pH under 3,5.
2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved at et isopolywolframmat eller heteropolywolframmat påføres det keratinholdige tekstilmateriale samtidig med et fluor- eller organisk chelatkomplex af titan eller zirkonium.
3. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved at opløsningen er fremstillet ud fra et alkalimetalwolframmat og en sur titan- eller zirkoniumforbindelse sammen med et organisk karboxylsyre- eller hydroxykarboxylsyre-chelateringsmiddel.
4. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 1-3, k e n d e t e g n e t ved at tekstilmaterialet neddyppes i opløsningen i mindst 10 minutter ved 30-100°C.
5. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 1-4, k e n d e t e g n e t ved at wolframkomplekset og titan- eller zirkoniumkomplekset er opløst i et surt farvebad indeholdende et farvestof.
6. Fremgangsmåde ifølge et hvilket som helst af kravene 1-5, k e n d e t e g n e t ved at behandlingen fortsættes indtil tekstilmaterialet har optaget 0,5-6% wolfram og 2-10% zirkonium eller 1-5% titan, alt regnet på vægten af fibre.

Fremdragne publikationer:

Dansk patentansøgning nr. 4978/71 (patent nr. 139481)
Fransk patent nr. 1418288
Tysk offentliggørelsesskrift nr. 2212718.