

# PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

## 291 366

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1993 - 309  
(22) Přihlášeno: 02.03.1993  
(30) Právo přednosti:  
06.03.1992 US 1992/846510  
(40) Zveřejněno: 15.12.1993  
(Věstník č. 12/1993)  
(47) Uděleno: 12.12.2002  
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 12.02.2003  
(Věstník č. 2/2003)

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl. :

C 08 L 77/00

C 08 L 77/02

C 08 L 77/04

C 08 K 3/10

D 01 F 6/60

//(C 08 L 77/00, C 08 L 83:04)

(73) Majitel patentu:

BASF Corporation, Parsippany, NJ, US;

(72) Původce vynálezu:

Shore Gary W., Asheville, NC, US;

(74) Zástupce:

Koreček Ivan JUDr. Advokátní a patentová kancelář, Na  
baště sv. Jiří 9, Praha 6, 16000;

(54) Název vynálezu:

**Způsob výroby polyamidových vláken s  
retardačním účinkem proti vzplanutí,  
polyamidové vlákno takto vyrobené a koberec s  
obsahem takových vláken**

(57) Anotace:

Při způsobu výroby polyamidových vláken s retardačním účinkem proti vzplanutí, spočívajícího v tom, že se polyamid ve formě tuhých částic smísí s přísadou obsahující vytvrditelnou směs vulkanizovatelného silikonu a katalyzátoru, dále mísí a homogenizuje v tavenině tato směs a tato přísada a zvláknují se vlákna z takto získané taveniny. Vynález se dále týká polyamidových vláken takto vyrobených a koberců s obsahem takových vláken. Polyamidová vlákna s retardačním účinkem proti vzplanutí jsou vlákna určená pro koberce.

CZ 291366 B6

## Způsob výroby polyamidových vláken s retardačním účinkem proti vzplanutí, polyamidové vlákno takto vyrobené a koberec s obsahem takových vláken

### 5 Oblast techniky

Tento vynález se týká způsobu výroby polyamidových vláken s retardačním účinkem proti vzplanutí, polyamidových vláken takto vyrobených a koberců s obsahem takových vláken. Polyamidová vlákna s retardačním účinkem proti vzplanutí jsou vlákna pro koberce.

10

### Dosavadní stav techniky

15 Hlavní kroky k zlepšení retardačního účinku proti vzplanutí polyamidů spočívají v použití tavitelných přísad, v místním zpracování s apretačním prostředkem a v kopolymeraci s monomery rezistentními proti vzplanutí. Tavitelné přísady obvykle zahrnují halogenované organické sloučeniny s vysokou úrovní obsahu bromu nebo chloru. Druhou složkou, pokud se používají halogenované sloučeniny, je oxid antimonitý ( $Sb_2O_3$ ). Další běžné prvky nacházející se v tavitelných přísadách jsou fosfor a molybden. Tavitelná přísada byla shledána jako omezující faktor k použití v polyamidových vláknech v důsledku nutnosti vysokého plnění plnivem, odbarvování polymeru určitými sloučeninami fosforu a molybdenem a veliké tvorby kouře díky brómovaným sloučeninám. Zpracování s apretačním prostředkem obvykle vyžaduje vysokou hladinu přidávaných látek a řada z nich porušuje trvanlivost způsobů čištění, které jsou potřebné pro plošné tkaniny z polyamidových vláken, jako u koberců. Kopolymerace je účinným způsobem produkce polymerů se zlepšeným retardačním účinkem proti vzplanutí, avšak řada kopolymerů není vhodná pro výrobu jakostního vlákna získávaného zvlákňováním.

20

25

Patent US 3 829 400 popisuje polyamidové vlákno s retardačním účinkem proti vzplanutí, které jako přísady s retardačním účinkem proti vzplanutí využívá oxid cinu a halogen.

30

Patent US 4 141 880 popisuje nylonové směsi s retardačním účinkem proti vzplanutí, které obsahují kondenzační produkt odvozený od brómovaného fenolu.

35

Patent US 4 064 298 uvádí polyamidové vlákno s retardačním účinkem proti vzplanutí, které obsahuje boritan zinečnatý a halogenovanou organickou sloučeninu.

40

Patenty US 4 116 931 a 4 173 671 popisují vlákna a koberce s retardačním účinkem proti vzplanutí, které obsahují komplexní soli, jako jsou borcitráty nebo bortartráty kovů.

45

### Podstata vynálezu

Předmětem tohoto vynálezu je způsob výroby polyamidových vláken s retardačním účinkem proti vzplanutí neboli vláken pro koberce, jehož podstata spočívá v tom, že se

50

a) polyamid ve formě tuhých částic smísí s 0,05 až 50 % hmotnostními, vztaženo na celkovou hmotnost kompozice pro vlákna, to znamená vztaženo na součet hmotnosti polyamidu a přísady, přísady obsahující vytvrditelnou směs vulkanizovatelného silikonu a katalyzátoru, přičemž obsah vulkanizovatelného silikonu ve směsi je v rozmezí od 5 do 20 % hmotnostních, vztaženo na množství přísad, do termoplastické polymerní základní hmoty,

55

b) dále mísí a homogenizuje do taveniny směs částic získaná v kroku a) a uvedená přísada za teploty v rozmezí od 250 do 300 °C a

60

c) zvlákňují vlákna z taveniny získané v kroku b).

Podle výhodného provedení tohoto vynálezu se při výše uvedeném způsobu polyamid zvolí ze souboru, který zahrnuje nylon 6, nylon 6/6, nylon 6/9, nylon 6/10, nylon 6/12, nylon 11, nylon 12, jejich kopolymery a jejich směsi.

5

Při takovém výhodném provedení se účelně přísada smísí za sucha s polyamidem.

Při ještě jiném takovém výhodném provedení se účelně přísada přidá k tavenině polyamidu.

10 Podle výhodného provedení tohoto vynálezu při výše uvedeném způsobu přísada obsahuje od 5,0 do 20 % hmotnostních silikonu, vztaženo na množství přísady. Účelně přísada obsahuje termoplastickou základní hmotu zvolenou ze souboru, který zahrnuje nylon 6, nylon 6/6, nylon 6/9, nylon 6/10, nylon 6/12, nylon 11, nylon 12, jejich kopolymery a jejich směsi.

15 Podle výhodného provedení tohoto vynálezu při výše uvedeném způsobu je katalyzátorem platinový komplex.

Podle ještě jiného výhodného provedení tohoto vynálezu výše uvedený způsob mísení ve stupni a) dále zahrnuje přidání od 0,1 do 5,0 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kompozice pro vlákna, zinečnaté sloučeniny. Přitom se účelně zinečnatá sloučenina uloží do polyamidové základní hmoty.

20

Předmětem tohoto vynálezu také je polyamidové vlákno vyrobené výše uvedeným způsobem, popřípadě podle některého z výhodných nebo účelných provedení tohoto způsobu, mající titr v rozmezí od 0,0667 do 3,889 tex na filament.

25

Předmětem tohoto vynálezu rovněž je koberec obsahující zadní stranu a všíty povrch, jehož podstata spočívá v tom, že povrch sestává z vláken tvořím jinou část tohoto vynálezu.

30 Předmětný vynález bude dále objasněn podrobněji.

Předmět tohoto vynálezu se týká polyamidového vlákna se zlepšeným retardačním účinkem proti vzplanutí, které neobsahuje halogen, antimon a fosfor. Přitom výraz vzplanutí je zde míněn v nejširším slova smyslu a tak například zahrnuje hořlavost a hoření.

35

Způsob výroby polyamidových vláken podle vynálezu je možné v podstatě dosáhnout tím, že se vpraví od přibližně 0,05 do 50 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kompozice pro vlákna, přísady zahrnující vytvrditelnou směs silikonů a katalyzátoru na bázi komplexu platiny do termoplastické polymerní základní hmoty. Po zvláknění taveniny silikonu reagují za vzniku pseudointerpenetračního polymeru zesíťovaného silikonu, přičemž ponechají termoplastickou polyamidovou základní hmotu v podstatě nedotčenu, a tak si vlákno udržuje svůj termoplastický charakter. Tato síťová struktura je uvnitř polyamidové základní hmoty a dodává vláknu zlepšený retardační účinek proti vzplanutí.

40

45 Dalšího zlepšení retardačního účinku proti vzplanutí u polyamidových vláken by se dalo dosáhnout tím, že by se se silikonovou přísadou společně vpravila jako druhá aditivní přísada zinečnatá sůl, v množství od přibližně 0,1 do 5 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kompozice pro vlákna.

50 Polyamidy jsou dobře známy pod generickým označením „nylon“ a jsou tvořeny syntetickými polymery s dlouhým řetězcem, obsahujícím amidovou vazbu (-CO-NH-) v hlavním polymerním řetězci. Vhodné polyamidy tvořící vlákno nebo zvláknitelné ztaveniny, zajímavé pro tento vynález, jsou polyamidy, které se dostanou polymerací laktamu nebo aminokyseliny nebo které tyto polymery tvoří kondenzací diaminu a dikarboxylové kyseliny. Mezi obvyklé polyamidy se zahrnuje nylon 6, nylon 6/6, nylon 6/9, nylon 6/10, nylon 6/12, nylon 11, nylon 12 a jejich

55

kopolymery nebo jejich směsi. Polyamidy mohou být také kopolymery nylonu 6 nebo nylonu 6/6 a nylonové soli, získané reakcí složky tvořené dikarboxylovou kyselinou, jako je kyselina tereftalová, kyselina izoftalová, kyselina adipová nebo kyselina sebaková, s diaminem, jako je hexamethyldiamin, methaxylendiamin nebo 1,4-bisaminomethylcyklohexan. Výhodný je poly-6-kaprolaktam (nylon 6) a polyhexamethylenadipamid (nylon 6/6), přičemž nejvýhodnější je nylon 6.

Primární přísady zahrnují zesíťovatelné neboli vulkanizovatelné směsi silikonů a katalyzátoru na bázi komplexu platiny v termoplastické polymerní základní hmotě. Takové směsi jsou popsány v patentech US 4 500 688 a US 4 714 739, jejichž obsah se zde zahrnuje do známého stavu techniky. Směsi silikonů budou obvykle zahrnovat polymerní silikonhydrid a polymerní silikon, který obsahuje alespoň jednu nenasycenou skupinu, s výhodou vinylovou skupinu. Katalyzátor na bázi komplexu platiny je výhodně odvozen od kyseliny hexachloroplatičité a vinylsilikonu. Vinylsilikon tvoří aktivní komplex s platinou, a výsledný komplex je rozpustný v silikonech určených pro zesíťování. Termoplastický polymer slouží jako základní hmota, přičemž vhodnými polymery je například nylon 6, nylon 6/6, nylon 6/9, nylon 6/10, nylon 6/12, nylon 11, nylon 12 a jejich kopolymery nebo jejich směsi. Výhodnými nylonovými základními hmotami je nylon 6 a nylon 6/6, přičemž nejvýhodnější je nylon 6.

Směs obsahující vhodný termoplastický polymer a zesíťovatelný silikon se v tavenině míchá, například v extrudéru a potom peletuje. Pelety se přidávají k platinovému komplexu v množství, které poskytuje přibližně od 1 do 15 ppm platiny na hmotnost pelet. Pelety s přidaným platinovým komplexem se zde dále označují jako primární přísada. Protože primární přísada je určena pro zvlákňování taveniny na vlákno, všechny složky používané v této směsi musí mít jakost umožňující vytlačování. Hmotnostní procento silikonů v primární přísadě, vztaženo na celkovou hmotnost primární přísady, je v rozmezí přibližně od 5 do 20 %. Výhodnější rozmezí je přibližně od 10 do 15 %, vztaženo na hmotnost primární přísady.

Primární přísada se potom uvede do styku s termoplastickým polyamidem jakosti vhodné pro zvlákňování vláken v tavenině. Polyamidy jakosti vhodné pro zvlákňování vláken v tavenině se obecně dodávají jako pelety, což usnadňuje míchání s peletami primární přísady. Směs obsahující pelety se může připravit nepřímo a poté dávkovat do extrudéru nebo se suchý materiál může přímo použít k dávkování a mísení pelet v dávkovači a mísiči, které zajistí správné dávkování. Dávkování se může provádět volumetricky nebo gravimetricky. Jiné způsoby dávkování dokonalé směsi pelet primární přísady a pelet ke zvlákňování vlákna budou zřejmě odborníkovi v oboru. Pelety primární přísady se přidávají v množství přibližně od 0,05 do 50 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kompozice pro vlákna. Výhodnější rozmezí je od 0,25 do 30 % hmotnostních primární přísady a nejvýhodnější je rozmezí od 1,25 do 20 % hmotnostních. Směs pelet se v tavenině míchá a homogenizuje, například v extrudéru za teploty v rozmezí od přibližně 250 do zhruba 300 °C, výhodně od přibližně 255 do zhruba 285 °C. Při těchto zvýšených teplotách se iniciuje reakce, přičemž silikony se slučují in situ za vzniku pseudointerpenetračního zesíťování polymeru.

Důkladně zhomogenizovaná tavenina vystupuje ve formě proudu z extrudéru. Od tohoto okamžiku je technický postup zvlákňování taveniny na vlákno dobře znám v oboru. Výhodný způsob spočívá v přímém rozvodném vedení polymeru zahřátého na taveninu (Dowtherm) na zvlákňovací hlavy svazku zvlákňovaných vláken. Proud taveniny polymeru se potom odměřuje zubovým čerpadlem s úzkou tolerancí do sestavy, která obsahuje desku se zvlákňovacími tryskami s několika kapilárami. Tavenina polymeru se extruduje neboli vytlačuje kapilárami za tlaku, čímž se vytváří větší počet jednotlivých filamentů.

Při výhodném provedení tohoto vynálezu se extrudované filamenty (neboli vlákna) rychle chladí příčným proudem chladicího vzduchu, aby se dosáhlo ztuhnutí filamentů. Filamenty se potom zpracují s apretačním prostředkem obsahujícím lubrikační olej nebo směs olejů a antistatických prostředků. Filamenty se poté kombinují za vzniku svazku příze, která se potom navinuje na

vhodné balení. v následujícím stupni se příze dluží a tvaruje za vzniku příze z objemového kontinuálního filamentu (BCF), která je vhodná pro vsívání do koberců. Výhodnější technický postup zahrnuje kombinování extrudovaných nebo zvlákněných filamentů do příze, potom  
 5 dlužení, tvarování a navíjení do balení, vše v jednom stupni. Tento jednostupňový způsob výroby BCF se označuje v obchodě jako postup „zvláknění–dloužení–tvarování“.

Reakce, která se zahajuje v roztaveném stavu, kdy zesíťovatelné silikony začnou tvořit pseudointerpeneterční polymerní síť, pokračuje poté co vlákna ztuhla a je v podstatě ukončena za  
 10 několik hodin po zvláknění vlákn.

Dalšího zlepšení retardačního účinku polyamidových vláken proti vzplanutí se může dosáhnout zapracováním účinného množství sekundární přísady do zvláknovacích směsí. Sekundární  
 15 přísadou je sloučenina zinku, která je zvolena ze souboru zahrnujícího hydratovaný boritan zinečnatý, oxid zinečnatý a hydroxid zinečnatý. Hydratovaný boritan zinečnatý, který může zadržovat svou vodu až do teploty 290 °C, je výhodnou sloučeninou. Sekundární přísada se přidává v úrovni, která je v rozmezí přibližně od 0,1 do 5,0 % hmotnostních, vztaheno na celkovou hmotnost směsi pro zvláknování. Výhodnější rozmezí je přibližně od 0,25 do 3,0 % hmotnostních. Boritan zinečnatý by měl být ve formě jemně rozmělněných částic, které nepřerušují  
 20 způsoby zvláknování vlákn a tak se zachovávají fyzikální vlastnosti tvarovaných vláken. Boritan zinečnatý by se měl obvykle dodávat jako peletový koncentrát obsahující přibližně od 15 do 30 % hmotnostních hydratovaného boritanu zinečnatého a 70 až 85 % hmotnostních nosiče. Nosič zahrnuje podstatné množství polyamidu, například nylonu 6, a menší množství přísad, jako jsou dispergační činidla a látky modifikující tekutost. Nosič musí být snášlivý s polyamidem jakosti pro zvláknování vláken. Koncentrát sekundární přísady na bázi boritanu zinečnatého se  
 25 může vpravit do zvláknované směsi za použití podobných způsobů, jako jsou popsány výše pro primární přísadu.

Do zvláknovací směsi se kromě primární přísady a koncentrátu boritanu zinečnatého jako sekundární přísady mohou také zavádět různé jiné přísady. Mezi ně se zahrnují, aniž by šlo  
 30 o vyčerpávající přehled, mazadla, nukleační činidla, antioxidační činidla, stabilizátory proti ultrafialovému záření, pigmenty, barviva, antistatické prostředky, prostředky s rezistentním účinkem proti ulpívání špíny, prostředky zabraňující vzniku skvrn, antimikrobiální prostředky a jiné obvyklé prostředky, které zlepšují retardační účinek proti vzplanutí.

Nylonové filamenty určené pro výrobu koberců mají titr v rozmezí přibližně od 0,0667 do 3,889  
 35 tex na filament. Tento údaj při převedení na průměr filamentu odpovídá rozmezí přibližně od 25 do 75 μm. Výhodnější rozmezí pro vlákna na koberce je přibližně od 1,6667 do 2,7778 tex na filament.

Odtud BCF příze se může vést přes různé stupně zpracování, které jsou dobře známé odborníkovi  
 40 v oboru. Vlákna podle tohoto vynálezu jsou zvláště vhodná pro výrobu koberců používaných k pokrývání podlahy.

Pro výrobu koberců k pokrývání podlahy se BCF příze obvykle vsívá do ohebné primární zadní  
 45 strany. Materiály pro primární zadní stranu se obvykle volí ze souboru zahrnujícího běžnou tkanou jutu, tkaný polypropylen, celulózovou netkanou textilií a netkanou textilií z nylonu, polyesteru a polypropylenu. Primární zadní strana se potom povléká vhodným latexovým materiálem, jako je běžný styren–butadienový latex, vinylidenchloridový polymer nebo kopolymery vinylchloridu a vinylidenchloridu. Ke snížení nákladů na latex je obecnou praxí  
 50 používat plniva, jako je uhličitan vápenatý. K dalšímu snížení možnosti vzplanutí koberce se také běžně zavádějí hydratované materiály do latexového prostředku, které jsou vybrány ze souboru zahrnujícího hydroxid hlinitý, hydratovaný oxid hlinitý a hydratované křemičitany hlinité. Konečný stupeň slouží k aplikaci sekundární zadní strany, kterou obvykle tvoří tkaná juta nebo tkané syntetické materiály, jako z polypropylenu.

55

Pro tento vynález je výhodné používat tkané polypropylenové primární zadní strany, běžné latexové formulace na bázi styren-butadienu (SB) a buď tkané jutové nebo tkané polypropylenové sekundární zadní strany koberce. Latex na bázi styren-butadienu může obsahovat uhlíčitán vápenatý jako plnivo a/nebo alespoň jeden z hydratovaných materiálů, které jsou popsány výše.

5

K doložení účinnosti tohoto vynálezu se používají dvě testovací metody. První testovací metoda představuje modifikaci dobře známého methenaminového testu vlasové pokrývky (Department of Commerce Standard DOC FF 1-70). Protože výsledky standardního testu vlasové pokrývky se mohou velmi měnit, byl vyvinut statisticky významnější způsob, který je založen na metodě DOC FF 1-70. Modifikovaný test zahrnuje měření doby hoření polymeru (PBT) ze vzorku koberce. Protože doba hoření polymeru nesleduje normální statistické rozložení, nemůže se použít běžný t-test nebo analýza rozptylu ke stanovení významnosti rozdílů mezi průměrnými vzorky. Kruskal-Wallisův test se volí z důvodu jednoduchosti.

10

Pro modifikovaný test vlasové pokrývky se připraví vzorky suchého koberce podle standardního postupu popsaného v DOC FF 1-70. Každý vzorek určený k testování, obvykle koberec pro kontrolní a experimentální účel, se podrobí čtyřiceti měřením doby hoření polymeru a to na dvou čtvercích koberce o rozměru 3,5 x 3,5 cm. Doby hoření polymeru pro každý kontrolní a experimentální koberec se uspořádají ve vzestupné řadě a ohodnotí od 1 (nejkratší doba hoření polymeru) do 80 (nejdelší doba hoření polymeru). Kruskal-Wallisův test hodnotí rozmezí a nikoli skutečné experimentální výsledky. Parametr H se potom vypočítá a porovná s CHISQ ( $\chi^2$ ) větším než CHISQ při zvolené hladině významnosti (například 0,05, v případě testů podle tohoto vynálezu), přičemž se může vyvodit, že průměry doby hoření polymeru mezi kontrolními a experimentálními koberci jsou významně odlišné.

20

25

Přesné zpracování Kruskal-Wallisovou metodou získaných statistických údajů se může zjistit v publikaci National Bureau of Standards Handbook 91.

30

Druhou testovací metodou je stanovení „kritického sálajícího toku ze systémů pokrývajících podlahu za použití sálajícího zdroje tepelné energie“ (norma ASTM Method E-648). Tato metoda se zde dále pro jednoduchost bude označovat jako metoda testování sálajícím panelem. Testovací zařízení zahrnuje žáruvzdorný sálající panel vytápěný plynem, skloněný v úhlu 30° k horizontálně umístěnému zkušebnímu vzorku. Teplota panelu se udržuje okolo 525 °C. Pro účely tohoto vynálezu se koberce spalují v odlepeném režimu (glue down mode). Toto provedení poskytuje reprodukovatelnější výsledky, než když se koberec spaluje nad vlasovou plstěnou podložkou. Vzdálenost spalování (v centimetrech) se zaznamenává a stanoví se kritická sálavá energie s ohledem na její tok ( $W/cm^2$ ), odečtený ze standardní křivky. Vyšší číslo toku ukazuje na méně hořlavý koberec, tedy koberec s větší odolností proti vzplanutí. Přitom se spalují alespoň tři zkušební vzorky na vzorek koberce a výsledky se zprůměrují.

35

40

#### Příklady provedení vynálezu

45

Vynález je blíže ilustrován příklady popsány dále, které se předkládají k předvedení zvláštních provedení tohoto vynálezu. Tyto příklady však nejsou míněny jako omezení smyslu a rozsahu tohoto vynálezu. Všechny díly a procenta jsou uvedeny hmotnostně a jsou vztaženy na celkovou hmotnost kompozice pro vlákna, pokud není uvedeno jinak.

50

#### Příklad 1

Polomatná BCF kobercová příze z nylonu 6 se vyrábí způsobem, který je popsán dále. Nejprve se vyrobí fyzikální směs dále charakterizovaných peletizovaných složek:

1) 97,33 % polymerního nylonu 6 (Ultramid<sup>®</sup> BS-700 výrobek firmy BASF), s relativní viskozitou 2,7 (měřeno srovnávací metodou za použití viskozimetru Ubbelohde při teplotě 25 °C, dobu toku roztoku polymeru obsahujícího 1 g polymerního nylonu ve 100 ml 96% kyseliny sírové, v porovnání s dobou toku čisté 96% kyseliny sírové),

5

2) 1,0 % koncentrátu, který obsahuje 30 % manganem pasivovaného anatasu (oxidu titaničitého) a 70 % polymerního nylonu 6, s relativní viskozitou přibližně 1,9 a

10

3) 1,67 % směsi sestávající z 15 % vytvrditelného silikonu, platinového komplexního katalyzátoru a polymerního nylonu 6, s relativní viskozitou 2,7.

15

Výše popsaná směs se dávkuje do extrudéru, kde se důkladně roztaví a míchá předtím, než se vytlačuje na filamenty. Homogenizovaný proud taveniny se vytlačuje při teplotě taveniny přibližně 270 °C zvlákňovací tryskou obsahující 68 kapilár, v množství přibližně 156 g za minutu. Vyrábějí se filamenty, které mají průřez trojlaločného tvaru. Filamenty se poté spojí do jediné příze a navíjí do balení rychlostí přibližně 500 m za minutu. v následujícím stupni se nedloužená nebo upravená příze potom dluží na přibližně 3,1-násobek své původní délky, tvaruje v prostředí páry a navíjí do vhodného balení. BCF příze obsahuje 68 filamentů v příčném průřezu a její celkový tít je přibližně 111,1111 tex (to znamená 1,6667 tex na filament). Dvě takové příze o titru 111,1111 tex se potom skají dohromady s přibližně 1,4 zákrutu na cm, za vzniku dvakrát skané příze.

20

Dvakrát skaná příze (1000/2/68) se v autoklávu podrobí působení tepla za teploty 132 °C. Potom se zhotoví vlasová pokrývka koberce tepelným všíváním příze do polypropylenové primární zadní strany X na stroji pro všívání vlasu při 2,8 prošitích na cm a výši vlasové pokrývky odpovídající hmotnosti koberce 679 g/m<sup>2</sup>. Prošité koberce se obarví disperzní béžovou barvou. Obarvené koberce se poté rozdělí na dva soubory. Jeden soubor se potom povleče běžným styren-butadienovým latexem, který jako plnivo obsahuje uhličitan vápenatý a potom se opatří sekundární zadní stranou z tkaného jutového materiálu. Druhý soubor se povleče podobným latexem s tím rozdílem, že se tento soubor opatří tkanou polypropylenovou sekundární zadní stranou. Konečným stupněm je lehký sestřih k odstranění chmýří. Výsledky testu hořlavosti se mohou zjistit v tabulkách I a II.

30

### 35 Příklad 2

Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek:

40

1) 95,67 % nylonu 6 Ultramid<sup>®</sup> BS-700,

2) 1,0 % koncentrátu oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1) a

3) 3,33 % směsi silikonu, platinového komplexního katalyzátoru (dále též platinového komplexu) a nylonu 6, jako se použila v příkladě 1.

45

Tato směs se zpracuje na koberce způsobem, který je ve shodě s příkladem 1. Výsledky hořlavosti koberce se mohou zjistit v tabulkách I a II.

50

### Příklad 3

Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek:

55

1) 92,33 % nylonu 6 Ultramid<sup>®</sup> BS-700,

2) 1,0 % koncentráту oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1) a

3) 6,67 % směsi silikonu, platinového komplexu a nylonu 6, jako se použila v příkladě 1.

5 Tato směs se zpracuje na koberce způsobem, který je ve shodě s příkladem 1. Výsledky hořlavosti koberce se zjistí v tabulkách I a II.

#### Příklad 4

10

Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek a zpracuje na koberce způsobem, který se shoduje s příkladem 1:

1) 85,6 % nylonu Ultramid® BS-700,

15

2) 1,0 % koncentrátu oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1 a

3) 13,33 % směsi silikonu, platinového komplexu a nylonu 6, jako se použila v příkladě 1.

20 Výsledky hořlavosti koberce se zjistí v tabulkách I a II.

#### Příklad 5

25 Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek a zpracuje na koberce způsobem, který je ve shodě s příkladem 1 s tím rozdílem, že směs se vytlačuje při teplotě taveniny 285 °C:

1) 94,0 % nylonu 6 Ultramid® BS-700,

30

2) 1,0 % koncentrátu oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1) a

3) 5,0 % směsi sestávající z 10 % vytvrditelného silikonu, platinového komplexního katalyzátoru a nylonu 6/6, který má jakost pro vytlačování polymerů.

35

Výsledky hořlavosti koberce se mohou zjistit v tabulkách I a II.

#### Příklad 6

40

Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek a zpracuje na koberce způsobem, který se shoduje s příkladem 5:

1) 89,0 % nylonu 6 Ultramid® BS-700,

45

2) 1,0 % koncentrátu oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1) a

3) 10,0 % směsi sestávající ze silikonu, platinového komplexu a nylonu 6/6, která byla použita v příkladě 5.

50

Výsledky hořlavosti koberce se zjistí v tabulkách I a II.

## Příklad 7 (srovnávací příklad)

5 Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek jako kontrolní vzorek, to znamená bez použití nějaké směsi silikonu, platinového komplexu a polyamidu:

- 1) 99,0 % nylonu 6 Ultramid® BS-700 a
- 2) 1,0 % koncentráту oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1).

10

Směs se zpracuje na koberce způsobem, který se shoduje s příkladem 1. Výsledky hořlavosti koberce se zjistí v tabulkách I a II.

## 15 Příklad 8

Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek:

20

- 1) 92,0 % nylonu 6 Ultramid® BS-700,
- 2) 1,0 % koncentráту oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1),
- 3) 5,0 % směsi silikonu, platinového komplexu a nylonu 6/6, která byla použita v příkladě 5 a
- 25 4) 2,0 % koncentráту, který sestává z 25 % hydratovaného boritanu zinečnatého (Firebrake® ZB, vyroben firmou U. S. Borax) a 75 % nosiče, kterým je v podstatě nylon 6.

Směs se zpracuje na koberce způsobem podobným jako v příkladě 1 s těmito rozdíly:

30

- 1) vytlačuje se při teplotě taveniny 285 °C,
- 2) rychlost vytlačování je přibližně 161 g/min,
- 3) je přítomno 68 filamentů s celkovým BCF titrem příze 116,6667 tex a
- 35 4) vlasová pokrývka koberce se všívá při 3,1 prošitích na cm a hmotnosti koberce 848 g/m<sup>2</sup>.

Výsledky hořlavosti koberce se mohou zjistit v tabulkách I a II.

40

## Příklad 9

Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek a zpracuje se na koberce způsobem, který je ve shodě s příkladem 8:

45

- 1) 85,0 % nylonu 6 Ultramid® BS-700,
- 2) 1,0 % koncentráту oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1),
- 50 3) 10,0 % směsi sestávající ze silikonu, platinového komplexu a nylonu 6/6, která byla použita v příkladě 5 a
- 4) 4,0 % koncentráту hydratovaného boritanu zinečnatého (stejná látka jako se použila v příkladě 8).

55

Výsledky testů hořlavosti koberce se mohou zjistit v tabulkách I a II.

Příklad 10 (srovnávací příklad)

5

Tento příklad je proveden za účelem předvedení účinků přídavku hydratovaného boritanu zinečnatého k vláknům, avšak bez přidání směsi silikonu, platinového komplexu a nylonu 6/6. Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek a zpracuje se na koberce způsobem, který je ve shodě s příkladem 8 s tím rozdílem, že tavenina se vytlačuje za teploty 270 °C:

10

1) 97,0 % nylonu 6 Ultramid® BS-700,

2) 1,0 % koncentráту oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1) a

15

3) 2,0 % koncentráту hydratovaného boritanu zinečnatého (stejná látka jako se použila v příkladě 8).

Výsledky testů hořlavosti koberce se mohou zjistit v tabulkách I a II.

20

Příklad 11 (srovnávací příklad)

Toto je další příklad, který ukazuje účinek přídavku hydratovaného boritanu zinečnatého bez přidání libovolné směsi silikonu, platinového komplexu a polyamidu. Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek a zpracuje se na koberce způsobem, který je ve shodě s příkladem 10:

25

1) 95,0 % nylonu 6 Ultramid® BS-700,

30

2) 1,0 % koncentráту oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1) a

3) 4,0 % koncentráту hydratovaného boritanu zinečnatého (stejná látka jako se použila v příkladě 8).

35

Výsledky testů hořlavosti koberce se mohou zjistit v tabulkách I a II.

Příklad 12 (srovnávací příklad)

40

Vyrobí se fyzikální směs dále uvedených peletovaných složek jako kontrolní vzorek, to znamená bez jakýchkoli přísad podle tohoto vynálezu:

1) 99,0 % nylonu 6 Ultramid® BS-700 a

45

2) 1,0 % koncentráту oxidu titaničitého (stejný materiál jako v příkladě 1).

Směs se zpracuje na koberce způsobem, který je ve shodě s příkladem 10. Výsledky hořlavosti koberce se mohou zjistit v tabulkách I a II.

50

Tyto příklady jasně ilustrují účinnost primární přísady (vytvrditelné směsi silikonů a platinového komplexního katalyzátoru v termoplastické polymerní základní hmotě, jako je polyamid) pro zlepšení retardačního účinku proti vzplanutí u vláken a přízí pro nylonové koberce. Kromě tohoto PBT údaje dokládají, že směs primární přísady a sekundární přísady, jako je hydratovaný boritan zinečnatý, má synergický účinek projevující se snížením hořlavosti nylonového koberce v porovnání s působením samotné primární přísady.

55

Třebaže se zde uvádějí určitá výhodná provedení tohoto vynálezu k ilustrativním účelům, je třeba rozumět, že mohou být provedeny různé úpravy, aniž by došlo k odchylce od zásadních principů. Svrchu uvedené modifikace se proto považují za řešení ve smyslu a v rozsahu tohoto vynálezu.

5

Tabulka I

Údaje o hořlavosti koberce z testování sálajícím panelem (podle normy ASTM E-648)

Příklad číslo	Přísady s retardačním účinkem proti vzplanutí; sekundární zadní strana	Hmotnost lícové strany koberce (g/m <sup>2</sup> )	Kritický sálající tok (W/cm <sup>2</sup> )
1	1,67 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; polypropylen	679	1,20
2	3,33 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; polypropylen	679	1,06
3	6,67 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; polypropylen	679	1,20
4	13,33 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; polypropylen	679	1,20
5	5,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6; polypropylen	679	1,20
6	10,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6; polypropylen	679	1,20
7	kontrolní stanovení, bez přísad; polypropylen	679	0,67
8	5,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6, 2,0 % směsi koncentráту boritanu zinečnatého; polypropylen	848	0,98
9	10,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6, 4,0 % směsi koncentráту boritanu zinečnatého; polypropylen	848	1,20
10	2,0 % směsi koncentráту boritanu zinečnatého; polypropylen	848	1,20
11	2,0 % směsi koncentráту boritanu zinečnatého; polypropylen	848	0,56
12	kontrolní stanovení, bez přísad; polypropylen	848	0,56

10

Tabulka II

Údaje o hořlavosti koberce z modifikovaného methenaminového testu vlasové pokrývky

15

Příklad číslo	Přísady s retardačním účinkem proti vzplanutí; sekundární zadní strana	Hmotnost lícové strany koberce (g/m <sup>2</sup> )
1	1,67 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; juta	679
2	3,33 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; juta	679
3	6,67 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; juta	679
4	13,33 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; juta	679
5	5,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6; juta	679
6	10,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6; juta	679
7	kontrolní stanovení, bez přísad; juta	679
8	5,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6, 2,0 % směsi koncentráту boritanu zinečnatého; juta	848
9	10,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6, 4,0 % směsi koncentráту boritanu zinečnatého; juta	848
10	2,0 % směsi koncentráту boritanu zinečnatého; juta	848
11	2,0 % směsi koncentráту boritanu zinečnatého; juta	848
12	kontrolní stanovení, bez přísad; juta	848

Tabulka II – pokračování

Příklad číslo*	Průměrná doba hoření polymeru (s)	Parametr		Významně odlišné od kontrolního stanovení při úrovni 0,05
		CHISQ	H	
1	3,62	3,84	31,80	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
2	1,86	3,84	43,83	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
3	4,55	3,84	24,56	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
4	4,70	3,84	25,23	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
5	3,18	3,84	35,13	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
6	3,27	3,84	33,22	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
7	17,38	kontrolní vzorek		
8	0,65	3,84	48,53	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 12
9	0,38	3,84	53,20	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 12
10	7,14	3,84	6,31	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 12
11	8,07	3,84	2,11	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 12
12	11,08	kontrolní vzorek		

\* číslo příkladu je shodné s číslem příkladu uvedeným v tabulce II

5

Tabulka II (2. část)

Údaje o hořlavosti koberce z modifikovaného methenaminového testu vlasové pokrývky

10

Příklad číslo	Přísady s retardačním účinkem proti vzplanutí; sekundární zadní strana	Hmotnost lícové strany koberce (g/m <sup>2</sup> )
1	1,67 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; polypropylen	679
2	3,33 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; polypropylen	679
3	6,67 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; polypropylen	679
4	13,33 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6; polypropylen	679
5	5,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6; polypropylen	679
6	10,0 % směsi silikonu, Pt komplexu a nylonu 6/6; polypropylen	679
7	kontrolní stanovení, bez přísad; polypropylen	679

Tabulka II (2. část) – pokračování

Příklad číslo*	Průměrná doba hoření polymeru (s)	Parametr		Významně odlišné od kontrolního stanovení při úrovni 0,05
		CHISQ	H	
1	2,55	3,84	36,58	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
2	1,06	3,84	50,23	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
3	1,56	3,84	42,63	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
4	1,53	3,84	41,69	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
5	1,22	3,84	45,37	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
6	1,21	3,84	49,28	ano – kontrolním stanovením je příklad č. 7
7	10,75	kontrolní vzorek		

\* číslo příkladu je shodné s číslem příkladu uvedeným v tabulce II (2. část)

15

## PATENTOVÉ NÁROKY

- 5
1. Způsob výroby polyamidových vláken s retardačním účinkem proti vzplanutí neboli vláken pro koberce, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se
- 10 a) polyamid ve formě tuhých částic smísí s 0,05 až 50 % hmotnostními, vztaženo na celkovou hmotnost kompozice pro vlákna - to znamená vztaženo na součet hmotnosti polyamidu a přísady, přísady obsahující vytvrditelnou směs vulkanizovatelného silikonu a katalyzátoru, přičemž obsah vulkanizovatelného silikonu ve směsi je v rozmezí od 5 do 20 % hmotnostních, vztaženo na množství přísady, do termoplastické polymerní základní hmoty;
- 15 b) dále mísí a homogenizuje do taveniny směs částic získaná v kroku a) a uvedená přísada za teploty v rozmezí od 250 do 300 °C; a
- c) zvlákňují vlákna z taveniny získané v kroku b).
- 20 2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se polyamid zvolí ze souboru, který zahrnuje nylon 6, nylon 6/6, nylon 6/9, nylon 6/10, nylon 6/12, nylon 11, nylon 12, jejich kopolymery a jejich směsi.
3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se přísada smísí za sucha
- 25 s polyamidem.
4. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se přísada přidá k tavenině polyamidu.
- 30 5. Způsob podle nároků 1 až 4, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že přísada obsahuje termoplastickou základní hmotu zvolenou ze souboru, který zahrnuje nylon 6, nylon 6/6, nylon 6/9, nylon 6/10, nylon 6/12, nylon 11, nylon 12, jejich kopolymery a jejich směsi.
- 35 6. Způsob podle nároků 1 až 5, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že katalyzátorem je platinový komplex.
7. Způsob podle nároků 1 až 6, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že mísení ve stupni a) dále zahrnuje přidání od 0,1 do 5,0 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost kompozice pro vlákna, zinečnaté sloučeniny.
- 40 8. Způsob podle nároku 7, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se zinečnatá sloučenina uloží do polyamidové základní hmoty.
9. Polyamidové vlákno vyrobené podle nároku 1 až 7 mající titr v rozmezí od 0,0667 do 3,889
- 45 tex na filament.
10. Koberce obsahující zadní stranu a všíty povrch, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že povrch sestává z vláken podle nároku 9.

50

---

 Konec dokumentu
 

---

55