



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 107 761** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) МПК⁶ **D 03 D 15/12, D 06 M 11/68**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21), (22) Заявка: 93048156/12, 21.10.1993

(30) Приоритет: 22.10.1992 GB 9222190.2

(46) Дата публикации: 27.03.1998

(56) Ссылки: SU, авторское свидетельство, 883215,
кл. D 06 M 11/68, 1981.

(71) Заявитель:

Олбрайт энд Вильсон ЮК Лимитед (GB)

(72) Изобретатель: Ксиао Пинг Лей[CN],

Дэвид Уилльям Спик[GB], Мохсен

Закикхани[GB]

(73) Патентообладатель:

Олбрайт энд Вильсон ЮК Лимитед (GB)

(54) СПОСОБ ОБРАБОТКИ ТКАНИ ДЛЯ ПРИДАНИЯ ОГНЕСТОЙКИХ И ВОДОСТОЙКИХ СВОЙСТВ

(57) Реферат:

Изобретение предназначено для улучшения огнестойких и водостойких свойств ткани. Ткань пропитывают водным раствором, содержащим поли (гидроксилалкил) фосфониевое соединение, при этом в раствор

добавляют один или более первичных, вторичных или третичных алифатических аминов, имеющих 12 - 20 атомов углерода, а указанные амины были протонированы и нейтрализованы до указанного добавления. 6 з. п.ф-лы, 10 табл.

RU 2 107 761 C 1

RU 2 107 761 C 1



(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 107 761** ⁽¹³⁾ **C1**
(51) Int. Cl.⁶ **D 03 D 15/12, D 06 M 11/68**

RUSSIAN AGENCY
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 93048156/12, 21.10.1993

(30) Priority: 22.10.1992 GB 9222190.2

(46) Date of publication: 27.03.1998

(71) Applicant:
Olbrajt ehnd Vil'son JuK Limited (GB)

(72) Inventor: Ksiao Ping Lej[CN],
Dehvid Uill'jam Spik[GB], Mokhsen Zakikkhani[GB]

(73) Proprietor:
Olbrajt ehnd Vil'son JuK Limited (GB)

(54) **METHOD OF TREATING FABRIC TO IMPART IT FIRE-RESISTANT AND WATERPROOF PROPERTIES**

(57) Abstract:

FIELD: textile industry. SUBSTANCE:
fabric is impregnated with aqueous solution
containing poly(hydroxyalkyl)phosphonium
compound to which one or more primary,

secondary, or tertiary alifatic amines are
added, the latter having been preliminarily
protonated and neutralized. EFFECT: improved
procedure. 7 cl, 10 tbl

RU 2 107 761 C1

RU 2 107 761 C1

Изобретение относится к усовершенствованному способу обработки тканей для придания им огнестойких и водостойких свойств и к обработанным таким образом тканям.

Известен способ огнестойкой обработки тканей, включающих целлюлозные (например, хлопковые) волокна, состоящий в пропитке ткани водным раствором (полигидроксиоргано)фосфониевой соли.

Альтернативно поли(гидроксиоргано)фосфониевое соединение может представлять собой конденсат с таким азотсодержащим соединением, как мочевины. После пропитки ткань сушат и затем отверждают аммиаком, чтобы получить отвержденный водонерастворимый полимер, который механически закреплен внутри волокон ткани. После отверждения полимер окисляют для превращения трехвалентного фосфора в пятивалентный фосфор, ткань промывают и сушат. Ткани, обработанные согласно указанному выше способу, и одежда, изготовленная из таких обработанных тканей, продаются под торговым названием ПРОБАН фирмой Олбрайт энд Вильсон Лимитед.

Недостатком известного способа является то, что он не обеспечивает требуемой стойкости тканей к огню и воде.

Ближайшим аналогом изобретения является способ обработки ткани для придания ей огнестойких и водостойких свойств, содержащий пропитку ткани.

Этому известному способу присущи те же недостатки, что и вышеуказанному.

Технический результат, достигаемый изобретением, заключается в повышении огнестойких и водостойких свойств ткани за счет эффективности фиксации фосфониевого соединения внутри волокон ткани и равномерного его распределения.

Указанный результат достигается тем, что по способу обработки ткани для придания огнестойких и водостойких свойств, содержащему пропитку ткани, последнюю осуществляют водным раствором, содержащим поли(гидроксиалкил)фосфониевое соединение, при этом в раствор добавляют один или более первичных, вторичных или третичных алифатических аминов, имеющих 12 - 20 атомов углерода, а указанные амины были протонированы и нейтрализованы до указанного добавления.

Концентрация протонированного и нейтрализованного амина в пропитывающем растворе обычно находится в интервале от 0,05 до 3 мас.%, предпочтительно в интервале 0,1 - 1 мас.%, особенно около 0,3 мас.%.
В предпочтительном варианте изобретения протонированный и нейтрализованный амин состоит по существу из п-октадециламина. В другом предпочтительном воплощении изобретения протонированный и нейтрализованный амин представляют собой смесь первичных алифатических аминов, имеющих 16 - 18 атомов углерода.

Удобно, чтобы поли(гидроксиалкил)фосфониевое соединение являлось тетракис(гидроксиалкил)фосфониевым (здесь далее ТОФ) соединением, например

(ТОФ) + солью.

(ТОФ) + солью.

Амины протонируют и нейтрализуют согласно изобретению с помощью слабой органической кислоты, например уксусной кислоты. Протонированный и нейтрализованный амин, следовательно, может состоять по существу из ацетата октадециламина.

Удобно, чтобы амины могли быть получены в уже протонированном и нейтрализованном состоянии.

Альтернативно, амины могут быть просто смешаны с достаточным количеством уксусной кислоты для достижения протонирования и нейтрализации, и обработанные таким образом амины вводят в пропитывающий раствор.

Изобретение проиллюстрировано ниже с помощью примера.

Следующие ткани обрабатывают в соответствии с изобретением:

образец код А: сатиновая ткань, состоящая из 60 % хлопкового волокна и 40 % полиэфирного волокна и имеющая массу 280 г/м²;

образец код В: саржевая ткань, состоящая из 60 % хлопкового волокна и 40 % полиэфирного волокна, имеющая массу 245 г/м²;

образец код С: саржевая ткань, состоящая из 60 % хлопкового волокна и 40 % полиэфирного волокна, имеющая массу 315 г/м²;

образец код D: плоскотканая ткань с пигментной печатью, состоящая из 100 % хлопкового волокна и имеющая массу 200 г/м².

Ткани пропитывают водным раствором, содержащим следующие количества по массе предконденсата тетракис(гидроксиалкил)фосфонийхлорида и мочевины вместе с протонированными и нейтрализованными аминами согласно изобретению, отношение фосфонийхлорида к мочеvine в конденсате составляет 2:1 (молярное):

А: - 42,25 мас. %

В: - 42,25 мас. %

С: - 39 мас. %

D: - 32,5 мас. %

Пропитанную ткань отжимают до влажного привеса в следующем интервале, основываясь на исходной массе ткани:

А: - 80 %

В: - 80 %

С: - 80 %

D: - 90 %

Затем ткань сушат при 120°C и выдерживают всю ночь при комнатной температуре, чтобы достичь содержания влаги в интервале 4 - 8 %, предпочтительно 5 - 8 %.

Высушенную ткань отверждают газообразным аммиаком для отвержения предконденсата внутри волокон с последующим окислением перекисью водорода, промывкой и сушкой.

В табл. 1 приведены результаты испытаний на огнестойкие свойства согласно DIN 66083 S-b.

В табл. 2 приведены результаты испытаний на огнестойкие свойства согласно FG 07-184 и BSb 249.

Результаты определения содержания

азота и фосфора в ткани после 40 циклов промывки при 93°C приведено в табл. 3.

Водостойкость тканей, обработанных согласно изобретению, была определена, результаты приведены в табл. 4

Ткань, использованная в указанных выше испытаниях, представляет собой образец С (смотри выше).

В другом примере обрабатывают следующие ткани в соответствии с изобретением:

образец код С: как описано выше;

образец код Е: саржевая ткань, состоящая из 60 % хлопкового волокна и 40 % полиэфирного волокна, имеющая массу 240 г/см².

Ткани пропитывают водным раствором, содержащим следующие количества (в мас. %) предконденсата

тетраakis(гидроксиметил)фосфонийхлорида и мочевины с протонированными и нейтрализованными аминами согласно изобретению, отношение фосфонийхлорида к мочеvine в конденсате составляет 2:1 по молям:

С: - 40,95 мас. %

Е: - 37,05 мас. %

Пропитанные ткани отжимают до влажного привеса в следующих интервалах, исходя из начальной массы ткани:

С: - 77 %

Е: - 99 %

Затем ткани сушат при 120°C, чтобы достичь содержания влаги в ткани 14 - 18 %.

Высушенные ткани сшивают газообразным аммиаком следующим образом:

С1: - в одну стадию

С2: - в две стадии, одна после другой

Е1: - в одну стадию

Е2: - в две стадии, одна после другой.

Затем проводят окисление перекисью водорода, промывку и сушку.

В табл. 5 приводятся результаты испытаний на огнестойкие свойства согласно DIN 66083 S-b.

В табл. 6 приведены результаты испытаний на огнестойкие свойства согласно NFG 07-184.

Результаты определения содержания фосфора и азота в тканях до и после 40 циклов промывки при 90°C с детергентом, содержащим 5 % пербората, приведены в табл. 7.

В еще одном примере ткани, кодированные С и Е, плюсуот со стандартной смесью и сушат при 120°C до содержания влаги в ткани между 9 - 12 %. Ткани отверждают газообразным аммиаком в одну стадию, затем проводят отверждение при нагреве при 130°C. Затем ткани окисляют перекисью водорода, потом промывают и сушат (коды образцов обозначены как С3 и Е3 соответственно).

Ткань (код С) также обрабатывают в указанных выше условиях в больших количествах на установке (образец код СМ).

В табл. 8 приведены результаты

испытаний на огнестойкость согласно DIN 66083.

В табл. 9 приведены результаты испытаний на огнестойкие свойства согласно NFG 07-184.

Результаты определения содержания фосфора и азота в тканях после 40 циклов промывки при 93°C приведены в табл. 10.

Ткани, обработанные согласно изобретению, могут состоять по существу из целлюлозных волокон, например волокон хлопка.

Альтернативно, ткани могут состоять из целлюлозных и нецеллюлозных волокон, например полиамидных волокон, акриловых волокон, арамидных волокон, полиэфирных волокон или полибензимидазольных волокон.

Целесообразно, чтобы максимальное содержание нецеллюлозных волокон в такой ткани составляло 70 %, например ткань может содержать 60 % хлопковых волокон и 40 % полиэфирных волокон.

Подходящий интервал массы ткани, обработанной согласно изобретению, составляет 0,05 - 1 кг/м².

Формула изобретения:

1. Способ обработки ткани для придания огнестойких и водостойких свойств, содержащий пропитку ткани, отличающийся тем, что пропитку ткани осуществляют водным раствором, содержащим поли(гидроксиалкил) фосфониевое соединение, при этом в раствор добавляют один или более первичных, вторичных или третичных алифатических аминов, имеющих 12 - 20 атомов углерода, а указанные амины были протонированы и нейтрализованы до указанного добавления.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что концентрация указанного протонированного и нейтрализованного амина в указанном растворе находится в интервале 0,05 - 3 мас.%, предпочтительно 0,1 - 1 мас.% и особенно примерно 0,3 мас. %.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что указанный протонированный и нейтрализованный амин по существу состоит из п-октадециламина.

4. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что указанный протонированный и нейтрализованный амин представляет собой смесь первичных алифатических аминов, имеющих от 16 до 18 атомов углерода.

5. Способ по пп.1 - 4, отличающийся тем, что поли(гидроксиалкил) фосфониевое соединение является тетраakis (гидроксиалкил) фосфониевым соединением, например тетраakis (гидроксиметил) фосфониевой солью.

6. Способ по пп.1 - 5, отличающийся тем, что амины являются протонированными и нейтрализованными слабой органической кислотой, например уксусной кислотой.

7. Способ по п.6, отличающийся тем, что указанный протонированный и нейтрализованный амин состоит практически из ацетата октадециламина.

Таблица 1

Код образца	Направление испытания	Время пропитки /сек/	Догорание /сек/	Тление	Длина обугливания /мм/
1	2	3	4	5	6
А	Основа	3	0	0	7
		15	0	0	125
		3	0	0	6
		15	0	0	75
		3	0	0	5
	Уток	3	0	0	7
		15	0	0	87
		3	0	0	8
		15	0	0	75
		3	0	0	7
В	Основа	3	0	0	20
		15	0	0	110
		3	0	0	13
		15	0	0	103
		3	5	0	70
	Уток	3	0	0	-
		15	0	0	12
		3	0	0	95
		15	0	0	15
		3	0	0	82
С	Основа	3	0	0	5
		15	0	0	112
		3	0	0	5
		15	0	0	88
		3	0	0	5
	Уток	3	0	0	100
		15	0	0	5
		3	0	0	86
		15	0	0	5
		3	0	0	98
D	Основа	3	0	0	5
		15	0	0	71
		3	0	0	15
		15	0	0	76
		3	0	0	10
	Уток	3	0	0	10
		15	0	0	70
		3	0	0	10
		15	0	0	75
		3	0	0	10
	Уток	15	0	0	70
		3	0	0	15
		15	0	0	67
		3	0	0	7
		15	0	0	74
		3	0	0	20
		15	0	0	75
		3	0	0	10
15	0	0	74		

RU 2107761 C1

RU 2107761 C1

Таблица 2

FG 07-184

BSb6 249

Код образца	Площадь повреждения /см ² /		Длина обугливания /мм/	Догорание /сек/	Тление /сек/
	2	3			
1			4	5	6
А	основа	25	50	0	0
	уток	26	50	0	0
В	основа	35	82	0	0
		31	62	0	0
С	основа	36	40	0	0
	уток	33	50	0	0
	основа	29	64	0	0
	уток	24	53	0	0

Таблица 3

Добавка твердого продукта* /%/	После сшивки NH ₃		Как готовая		После промывки	
	Р %	Н %	Р %	Н %	Р %	Н %
1	2	3	4	5	6	7
А:0 /контроль/	3,66	3,92	2,87	2,64	2,50	2,40
0,3	3,61	3,96	3,46	2,23	3,33	3,01
В:0 /контроль/	3,69	4,08	3,15	2,97	2,82	2,60
0,3	3,68	4,29	3,63	3,37	3,24	2,89
С:0 /контроль/	3,33	3,40	3,09	2,75	2,89	2,51
0,3	3,42	3,98	3,33	3,14	3,12	2,87
Д:0	3,21	3,89	2,94	2,94	2,74	2,51
0,3	3,41	4,40	3,31	3,28	3,00	2,84

*/ ацетат октадециламина

Таблица 4

Образец	Водостойкость /см. воды/
Необработанная ткань /контроль I/	4
Обработка без протонированного амина /контроль II/	5
Обработка с протонированным амином	16

RU 2107761 C1

RU 2107761 C1

Таблица 5

Код образца	Направление испытания	Время пропитки	Догорание /сек/	Тление /сек/	Длина обугливания /мм/
1	2	3	4	5	6
С1	Основа	3	1	0	7
		15	0	0	110
		3	1	0	9
	Уток	15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	75
С2	Основа	3	0	0	5
		15	0	0	65
		3	1	0	5
	Уток	15	0	0	60
		3	1	0	7
		15	0	0	55
Е1	Основа	3	1	0	11
		15	0	0	65
		3	2	0	11
	Уток	15	0	0	70
		3	1	0	11
		15	0	0	65
Е2	Основа	3	1	0	8
		15	0	0	65
		3	0	0	7
	Уток	15	0	0	72
		3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	1	0	8
		15	0	0	85

Таблица 6

Код образца	Направление испытания	Площадь повреждения /см ² /
1	2	3
С1	основа	21
	уток	23
С2	основа	21
	уток	22
Е1	основа	27
	уток	25
Е2	основа	24
	уток	22

Таблица 7

Код образца	После отверждения NH ₃		Готовая		После промывки	
	P %	N %	P %	N %	P %	N %
1	2	3	4	5	6	7
C1	3,53	3,92	3,47	3,23	3,28	3,10
C2	3,52	4,42	3,53	3,39	3,53	3,43
E1	4,01	4,68	3,66	3,44	3,65	3,59
E2	3,98	5,00	3,86	3,70	3,85	3,76

Таблица 8

Код образца	Направление испытания	Время пропитки	Догорание /сек/	Тление /сек/	Длина обугливания /мм/
1	2	3	4	5	6
С3	Основа	3	0	0	5
		15	0	0	90
		3	0	0	5
		15	0	0	95
	Уток	3	0	0	5
		15	0	0	75
3		0	0	5	
15		0	0	90	
СМ	Основа	3	1	0	5
		15	0	0	110
		3	0	0	5
		15	0	0	76
	Уток	3	1	0	5
		15	0	1	50
		3	1	0	5
		15	0	1	55
Е3	Основа	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	75
	Уток	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	98

Таблица 9

Код образца	Направление испытания	Площадь повреждения /см ² /
1	2	3
С3	основа	28
	уток	26
СМ	основа	27
	уток	25
Е3	основа	27
	уток	26

RU 2107761 C1

RU 2107761 C1

Таблица 10

Код образца	После тепловой сшивки		Готовая		После промывки	
	P %	N %	P %	N %	P %	N %
1	2	3	4	5	6	7
СЗ	3,82	4,04	3,54	3,21	3,31	2,91
СМ	3,53	3,57	3,24	2,88	3,07	2,69
ЕЗ	4,10	4,50	3,73	3,62	3,43	3,18

RU 2107761 C1

RU 2107761 C1