



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

216 868 B

(21) A bejelentés ügyszáma: P 93 02980
(22) A bejelentés napja: 1993. 10. 21.
(30) Elsőbbségi adatok:
9222190.2 1992. 10. 22. GB

(51) Int. Cl.⁶

D 06 M 13/288
D 06 M 13/325

(40) A közzététel napja: 1995. 05. 29.
(45) A megadás meghirdetésének a dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1999. 09. 28.

(72) Feltalálók:

Lei, Xiao Ping, Birmingham (GB)
Speake, David William, Halesowen, West
Midlands (GB)
Zakikhani, Mohsen, Kidderminster,
Worcestershire (GB)

(73) Szabadalmas:

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

(74) Képviseelő:

DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54)

Eljárás textíliák kezelésére lángkésleltető és vízálló tulajdonság biztosítására

KIVONAT

A találmány szerinti eljárás textíliák kezelése útján lángkésleltető és vízálló tulajdonság biztosítására szolgál, amelynek során a textíliákat poli(hidroxil-alkil)-foszfóniumvegyületet tartalmazó vizes oldattal impregnálják,

ahol az impregnáló oldathoz 0,05–3 tömeg% mennyiségben egy vagy több, 12–20 szénatomos, primer, szekunder vagy tercier alifás amint adnak, amelyet az oldathoz adás előtt protonálnak és semlegesítenek.

A találmány tárgya eljárás textíliák kezelésére lángkésleltető és vízálló tulajdonság biztosítására, amelynek során a textíliákat poli(hidroxi-alkil)-foszfóniumvegyületet tartalmazó vizes oldattal impregnáljuk.

Textíliák, közöttük cellulóz típusú (így gyapotanyagú) szálak lángkésleltető hatású kezelésére szolgáló egyik ismert eljárás abban áll, hogy a textíliát szerves polihidroxi-foszfóniumvegyület, így szerves tetrakisz-hidroxi-foszfóniumsó vizes oldattal impregnálják (GB 1 439 607, GB 1 439 608 és GB 1 439 609). Az eljárás egyik változatában a szerves polihidroxi-foszfóniumvegyület nitrogéntartalmú vegyülettel, így karbamiddal alkotott kondenzátumot tartalmazhat. Az impregnálást követően a textíliát megszáritják, majd ammóniával kezelve kikeményített, a textília szálain belül mechanikailag rögzített, vízdoldhatatlan polimert képeznek. Kikeményítés után a polimert a 3 vegyértékű foszfát 5 vegyértékű foszforra alakítása céljából oxidálják, majd a textíliát mosás és száritják. Az előzőekben ismertetett eljárásnak megfelelően kezelt textíliákat és az ilyen textíliákból készített öltözékeket az Albright and Wilson Limited cég PROBÁN bejegyzett védjeggyel hozzák forgalomba.

Az előzőekben ismertetett eljárás hiányosságaként említhető a foszfóniumvegyületek rögzítésének alacsony hatékonysága, a vegyületek kevésbé egyenletes eloszlása, valamint ennek következtében a lángkésleltető és vízálló tulajdonság alacsony szintje.

Igény mutatkozik a foszfóniumvegyület szálakhoz kötődési hatékonyságának, továbbá a foszfóniumvegyület egyenletes eloszlásának javítására, ami által a lángkésleltető és vízálló tulajdonság javítható. Ezek a feladatok teljesíthetők a találmánynak megfelelő eljárás útján. A fentieknek megfelelően a találmány eljárás textíliák kezelésére lángkésleltető és vízálló tulajdonság biztosítására, amelynek során a textíliákat poli(hidroxi-alkil)-foszfóniumvegyületet tartalmazó vizes oldattal impregnáljuk, ahol az impregnáló oldathoz 0,05–3 tömeg% mennyiségben egy vagy több, 12–20 szénatomos, primer, szekunder vagy tercier alifás aminot adunk, amelyet az oldathoz adás előtt protonálunk és semlegesítünk.

A találmány az előzőekben ismertetett eljárással kezelt, lángkésleltető és vízálló tulajdonságú textíliát is biztosít.

Az impregnáló oldatban a protonált és semlegesített amin koncentrációja alkalmasan a 0,05–3 tömeg%, előnyösen a 0,1–1 tömeg% tartományban van, a koncentráció különösen előnyös névleges értéke 0,3 tömeg%.

A találmány szerinti eljárást előnyösen lefolytathatjuk úgy, hogy az impregnáló oldathoz protonált és semlegesített aminként lényegében n-oktadecil-amint adunk.

A találmány szerinti eljárás egy további változatában aminként 16–18 szénatomos, primer alifás aminot elegyét adjuk az oldathoz. A poli(hidroxi-alkil)-foszfóniumvegyület alkalmasan tetrakisz(hidroxi-

alkil)-foszfóniumvegyület (a továbbiakban THP), így [THP]⁻-só.

A találmány értelmében az aminokat gyenge szerves savval, így ecetsavval protonáljuk és semlegesítjük.

- 5 A protonált és semlegesített amin ezért lehet oktadecilamin-acetát.

Az aminokat alkalmasan beszerezhetjük már protonált és semlegesített állapotban.

- 10 Eljárhatunk azonban úgy is, hogy az aminokat protonálás és semlegesítés céljából egyszerűen kellő mennyiségű ecetsavval elegyítjük, és az így kezelt aminokat adjuk az impregnáló oldathoz.

A következőkben a találmányt kiviteli példákon keresztül szemléltetjük.

- 15

1. példa

A példa kapcsán a következő textíliákat kezeltük a találmány szerinti eljárással:

- A jelű minta: 60% gyapotszálat és 40% poliészterszálat tartalmazó, 280 g/m² fajlagos tömegű, szatén jellegű textília;
 – B jelű minta: 60% gyapotszálat és 40% poliészterszálat tartalmazó, 245 g/m² fajlagos tömegű, sávoly jellegű textília;
 – C jelű minta: 60% gyapotszálat és 40% poliészterszálat tartalmazó, 315 g/m² fajlagos tömegű, sávoly jellegű textília;
 – D jelű minta: 100% gyapotszálat tartalmazó, 200 g/m² fajlagos tömegű, pigmenttel nyomtatott vászonszövet.

- 30

A textíliákat olyan vizes oldattal impregnáltuk, amely tetrakisz(hidroxi-metil)-foszfónium-klorid és karbamid előkondenzátumát az alábbiakban tömeg% egységben megadott mennyiségben tartalmazta a találmánynak megfelelően protonált és semlegesített aminokkal együtt, ahol a kondenzátumban a foszfónium-klorid és karbamid molaránya 2:1 volt.

- 35

A: 42,25 tömeg%,
 B: 42,25 tömeg%,
 C: 39 tömeg%,
 D: 32,5 tömeg%.

- 40

Az impregnált textíliákat azok eredeti tömegére számítva az alább felsorolt nedvességfelvétel mértékéig sajtoltuk össze:

- 45

A: 80%,
 B: 80%,
 C: 80%,
 D: 90%.

- 50

A textíliákat ezután 120 °C hőmérsékleten szárítottuk, és éjszakán át környezeti hőmérsékleten tartva 4–8%, előnyösen 5–8% nedvességtartalmat biztosítottunk.

- 55

A szárított textíliákat gáznemű ammóniával kezelve a textíliák szálaiban az előkondenzátumot kikeményítettük, ezt hidrogén-peroxiddal lefolytatott oxidáció, majd mosás és száritás követte.

- 60

Az I. táblázat a lángkésleltető tulajdonságok DIN 66083 s-b szabvány előírásainak megfelelően kapott vizsgálati eredményeit mutatja:

I. táblázat

Minta jelle	A vizsgálat iránya	Gyújtási idő (s)	Utánlángolás időtartama (s)	Utóizzás (s)	Elszencsedés hossza (mm)
A	láncfonal	3	0	0	7
		15	0	0	125
		3	0	0	6
		15	0	0	75
		3	0	0	5
		15	0	0	
A	vetülékfonal	3	0	0	7
		15	0	0	87
		3	0	0	8
		15	0	0	75
		3	0	0	7
		15	0	0	75
B	láncfonal	3	0	0	20
		15	0	0	110
		3	0	0	13
		15	0	0	103
		3	5	0	70
		15	-	-	-
B	vetülékfonal	3	0	0	12
		15	0	0	95
		3	0	0	15
		15	0	0	82
		3	0	0	20
		15	0	0	103
C	láncfonal	3	0	0	5
		15	0	0	112
		3	0	0	5
		15	0	0	88
		3	0	0	5
		15	0	0	100
C	vetülékfonal	3	0	0	5
		15	0	0	86
		3	0	0	5
		15	0	0	98
		3	0	0	5
		15	0	0	71
D	láncfonal	3	0	0	15
		15	0	0	76
		3	0	0	10
		15	0	0	70
		3	0	0	10
		15	0	0	75
		3	0	0	10
		15	0	0	70
D	vetülékfonal	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

A II. táblázat a lángkésleltető tulajdonságok NFG 07-184 és BS 6249 jelű szabványok szerinti vizsgálati eredményeit foglalja össze.

II. táblázat

Minta jelle	NFP 07-184 károsodott fclület (cm ²)	BS 6249		
		Elszenesedés hossza (mm)	Utánlángolás időtartama (s)	Utóizzás (s)
A láncfonal	25	50	0	0
vetülékfonal	26	50	0	0
B láncfonal	35	82	0	0
vetülékfonal	31	62	0	0
C láncfonal	36	40	0	0
vetülékfonal	33	50	0	0
D láncfonal	29	64	0	0
vetülékfonal	24	53	0	0

93 °C hőmérsékleten végzett 40 mosási ciklus után a textiliák foszfor- és nitrogéntartalmának meghatározására vonatkozó eredményeket a III. táblázat tartalmazza.

zására vonatkozó eredményeket a III. táblázat tartalmazza.

III. táblázat

Szilárd adalék* (%)	NH ₃ -kezelés után		Előállítás után		Mosás után	
	P%	N%	P%	N%	P%	N%
A: 0 (kontroll)	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
B: 0 (kontroll)	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
C: 0 (kontroll)	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
D: 0 (kontroll)	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

* oktadecil-amin-acetát

Meghatároztuk a találmány szerinti eljárással kezelt textiliák vízállóságát, a kapott eredményeket a IV. táblázat foglalja össze.

IV. táblázat

Minta	Vízállóság (cm víz)
Kezeletlen textília (I. ellenőrző minta)	4
Kezelés protonált amin nélkül (II. ellenőrző minta)	5
Kezelés protonált aminnal	16

Az előző vizsgálatokban használt textiliák C jelű minták voltak.

2. példa

E példában ismertetett vizsgálatok során a következő textiliákat kezeltük a találmánynak megfelelően:

C jelű minta: (az 1. példában leírtak szerint),

E jelű minta: 60% gyapotszál és 40% poliészterszál tartalmazó, 240 g/m² fajlagos tömegű, sávyoly jellegű textília.

A textiliákat olyan vizes oldattal impregnáltuk, amely tetrakis(hidroxi-metil)-foszfónium-klorid és kar-

bamid prekondenzátumát az alábbiakban tömeg% egységben megadott mennyiségben tartalmazta a találmánynak megfelelően protonált és semlegesített aminokkal együtt, ahol a kondenzátumban a foszfónium-klorid és karbamid molaránya 2:1 volt:

C: 40,95 tömeg%,

E: 37,05 tömeg%.

Az impregnált textiliákat azok eredeti tömegére számítva az alább felsorolt nedvességfelvétel mértékéig sajtoltuk össze:

C: 77%,

E: 99%.

A textiliákat ezután 120 °C hőmérsékleten szárítottuk 14–18% nedvességtartalom eléréséig.

50 A szárított textiliákat gáznemű ammóniával kezelve a következő módon keményítettük ki:

C1: egy lépésben,

C2: két egymást követő lépésben,

E1: egy lépésben,

55 E2: két egymást követő lépésben.

Ezután hidrogén-peroxiddal végzett oxidálás, majd mosás és szárítás következett.

A lángkésleltető tulajdonságok DIN 66083 s-b szabvány szerinti vizsgálati eredményeit az V. táblázat tartalmazza.

V. táblázat

Minta jelle	A vizsgálat iránya	Gyújtási idő (s)	Utánlángolás időtartama (s)	Utóizzás (s)	Elszénesezés hossza (mm)
C1	láncfonal	3	1	0	7
		15	0	0	110
		3	1	0	9
		15	0	0	70
C1	vetülékfonal	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	75
C2	láncfonal	3	0	0	5
		15	0	0	65
		3	1	0	5
		15	0	0	60
C2	vetülékfonal	3	1	0	7
		15	0	0	60
		3	1	0	5
		15	0	0	55
E1	láncfonal	3	1	0	11
		15	0	0	65
		3	2	0	11
		15	0	0	70
E1	vetülékfonal	3	1	0	11
		15	0	0	65
		3	0	0	8
		15	0	0	75
E2	láncfonal	3	1	0	8
		15	0	0	65
		3	0	0	7
		15	0	0	72
E2	vetülékfonal	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	1	0	8
		15	0	0	85

A lángkésleltető tulajdonságok NFG 07-184 szabvány szerinti vizsgálati eredményei a VI. táblázatban láthatók.

VI. táblázat

Minta jelle	A vizsgálat iránya	Károsodott felület (cm ²)
C1	láncfonal	21
	vetülékfonal	23
C2	láncfonal	21
	vetülékfonal	22

40

Minta jelle	A vizsgálat iránya	Károsodott felület (cm ²)
E1	láncfonal	27
	vetülékfonal	25
E2	láncfonal	24
	vetülékfonal	22

45

90 °C hőmérsékleten 5 tömeg% perborátot tartalmazó detergennel végzett 40 mosási ciklus után a textíliák foszfor- és nitrogéntartalmának meghatározási eredményeit a VII. táblázat foglalja össze.

VII. táblázat

Szilárd adalék* (%)	NH ₃ -kezelés után		Előállítás után		Mosás után	
	P%	N%	P%	N%	P%	N%
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

3. példa

A 2. példa szerinti C és E jelű mintákat az előző példákban használt oldatban impregnáltuk, majd 120 °C hőmérsékleten 9–12% nedvességtartalom eléréséig szárítottuk. A textíliákat gáznemű ammóniával kezelve egy műveletben kikeményítettük, amit 130 °C hőmérsékletű hőkezelés követett. A textíliákat ezután hid-

rogén-peroxiddal oxidáltuk, majd mostuk és szárítottuk. (A kezelt minták jelzése C3, illetve E3).

A C jelű mintát a fenti paraméterekkel üzemi viszonyok között is kezeltük (az így kezelt minta jelzése CM).

A VIII. táblázat a lángkésleltető tulajdonságok DIN 66083 szabvány szerinti vizsgálati eredményeit tartalmazza.

VIII. táblázat

Minta jelle	A vizsgálat iránya	Gyújtási idő (s)	Utánlángolás időtartama (s)	Utóizzás (s)	Elszenesedés hossza (mm)
C3	láncfonal	3	0	0	5
		15	0	0	90
		3	0	0	5
		15	0	0	95
C3	vetülékfonal	3	0	0	5
		15	0	0	75
		3	0	0	5
		15	0	0	90
CM	láncfonal	3	1	0	5
		15	0	0	110
		3	0	0	5
		15	0	0	76
CM	vetülékfonal	3	1	0	5
		15	0	1	50
		3	1	0	5
		15	0	1	55
E3	láncfonal	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	75
E3	vetülékfonal	3	0	0	5
		15	0	0	70
		3	0	0	5
		15	0	0	98

A lángkésleltető tulajdonságok NFG 07–184 szabvány szerinti vizsgálati eredményei a IX. táblázatban láthatók.

IX. táblázat

Minta jelle	A vizsgálat iránya	Károsodott felület (cm ²)
C3	láncfonal	28
	vetülékfonal	26

40

Minta jelle	A vizsgálat iránya	Károsodott felület (cm ²)
CM	láncfonal	27
	vetülékfonal	25
E3	láncfonal	27
	vetülékfonal	26

45

93 °C hőmérsékleten végzett 40 mosási ciklus után a textíliák foszfor- és nitrogéntartalmának vizsgálati eredményeit a X. táblázatban láthatjuk.

X. táblázat

Szilárd adalék* (%)	Hőkezelés után		Előállítás után		Mosás után	
	P%	N%	P%	N%	P%	N%
E3	3,82	4,04	3,54	3,21	3,31	2,91
CM	3,53	3,57	3,24	2,88	3,07	2,69
E3	4,10	4,50	3,73	3,62	3,43	3,18

A találmány szerinti eljárással kezelt textíliák alkalmasan állhatnak lényegében cellulózsálakból, így gyapotsálakból.

Az is lehetséges azonban, hogy a textíliák mind cellulóz típusú, mind nem cellulóz típusú szálakat, így poli-amidszalakat, akrilszalakat, amidszalakat, poliészterszalakat vagy polibenzimidazol-szalakat tartalmazzanak.

Az ilyen textíliákban a nem cellulóz típusú szálak maximális részaránya alkalmasan 70%, így a textília tartalmazhat 60% gyapotszálat és 40% poliészterszálat.

A találmány szerinti eljárással kezelt textíliák alkalmas fajlagos tömege 0,05 és 1,0 kg/m² között van.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás textíliák kezelésére lángkésleltető és víz-álló tulajdonság biztosítására, amelynek során a textíliákat poli(hidroxi-alkil)-foszfóniumvegyületet tartalmazó vizes oldattal impregnáljuk, *azzal jellemezve*, hogy az impregnáló oldathoz 0,05–3 tömeg% mennyiségben egy vagy több, 12–20 szénatomos, primer, szekunder

vagy tercier alifás amint adunk, amelyet az oldathoz adás előtt protonálunk és semlegesítünk.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az oldathoz 0,1–1 tömeg%, előnyösen 0,3 tömeg% 5 névleges koncentrációban amint adunk.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy aminként n-oktadecil-amint adunk az oldathoz.

4. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy aminként 16–18 szénatomos primer 10 alifás aminok elegyét adjuk az oldathoz.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a textíliákat poli(hidroxi-alkil)-foszfóniumvegyületként tetrakisz(hidroxi-alkil)-foszfóniumvegyületet, előnyösen tetrakisz(hidroxi-metil)-foszfóniumsót tartalmazó oldattal impregnáljuk. 15

6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy az aminokat gyenge savval, előnyösen ecetsavval protonáljuk.

7. A 6. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy protonált és semlegesített aminként oktadecil-amin-acetátot adunk az oldathoz. 20