



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2016 00007**

(22) Data de depozit: **06/01/2016**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/05/2018** BOPI nr. **5/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/06/2016 BOPI nr. **6/2016**

(73) Titular:
• **SETICO S.R.L., STR. CÂMPULUI NR.62,**
TIMIȘOARA, TM, RO

(72) Inventatori:
• **FLORIȚA ȘERBAN-MIHAI,**
STR. N. LEONARD NR. 10A, AP. 11,
TIMIȘOARA, TM, RO;

• **FLORIȚA CORINA-EUGENIA,**
STR.N. LEONARD NR. 10A, BL. B15,
AP. 11, TIMIȘOARA, TM, RO;
• **LASSO ROBERTO-CLAUDIU,**
INTRAREA VÂNTULUI NR. 1, BL. C8, SC. A,
AP. 8, TIMIȘOARA, TM, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 4842611; RO 117864 B1

(54) **COMPOZIȚIE PENTRU IGNIFUGAREA MATERIALELOR
TEXTILE**



1 Invenția se referă la o compoziție pentru ignifugarea materialelor textile, destinate
fabricării perdelelor, cortinelor, mochetelor și altor produse finite.

3 Se cunosc soluții pentru ignifugarea materialelor textile ce conțin fosfați de amoniu,
poliamoniu, alchil sau arilamoniu, sulfați de amoniu, sau alchil amoniu, poliamide, acid
5 fosforic, polifosforic și pirofosforic, esteri anorganici ai unor oxiacizi cu conținut de fosfor,
derivați halogenați alifatici, arilalifatici sau aromatici, cu sau fără adaus de compuși ai borului,
7 respectiv acid boric, poliborați alcalini și de amoniu. Antipirenele în formă activă, rezultate
prin descompunere termică, sunt monoxidul de azot, monoxidul de sulf, respectiv halogenul
9 în stare atomică, ca inhibitori ai reacției radicalice de propagare a flăcării, aceasta fiind parțial
oprită la faza de formare a unor depozite de carbon greu inflamabile. Pentaoxidul de fosfor,
11 rezultat printr-un proces pirolitic, reacționează cu grupele -OH libere ale celulozei, în
prezența apei rezultate din combustie, formând structuri de tip esteri anorganici. Prin piroliza
13 acestora rezultă depozite de negru de fum, greu inflamabil pe suprafața suportului, vapori
de apă și acid fosforic. Acesta din urmă reia ciclul: esterificare piroliză carbon + apă + acid
15 fosforic. Acțiunea de retardare a flăcării, în timp, este limitată de faptul că oxizii de azot și sulf
la valența superioară (NO_2 și SO_2), respectiv hidracizii halogenilor (HCl, HBr), rezultați din
17 monoxizii (NO și SO) și atomii de halogen (Br, Cl), ca structuri active retardante ale flăcării,
sunt inactivi, fiind antrenați de gazele de ardere. Pentaoxidul de fosfor care sublimează la
19 350°C părăsește treptat suportul textil, antrenat de gazele de ardere, înainte de-a se
transforma în acid fosforic și apoi în ester anorganic. În final, retardarea flăcării nu mai este
21 posibilă, iar piroliza fibrei celulozice evoluează spre fazele puternic exoterme cu formarea
unui amestec de mono- și dioxid de carbon:



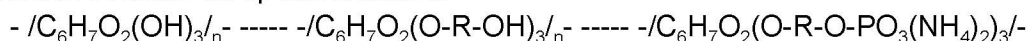
Sărurile de bor acționează în principal ca ignifuganți termosfumănți, dar efectul
25 acestora este limitat de solubilitatea relativ scăzută în apă și, implicit, un conținut redus pe
suprafața suportului textile.

27 Brevetul de invenție **US 4842611 A** descrie o compoziție pentru soluția apoasă de
ignifugare formată din fosfat de mono- și diamoniu, sulfat de diamoniu, bromura de amoniu
29 și uree, utilizată atât pentru tratarea materialelor textile confecționate din fibre naturale, cât
și pentru cele în amestec sau sintetice din clasa poliamidelor. Aceasta se aplică pe suprafața
31 suportului textil prin procedeul imersiei. Produsul are o eficacitate bună, cu referire la
retardarea flăcării, atât timp cât antipirenele furnizează radicali liberi retardanți de flacără
33 (NO, SO, Br) și acid fosforic din precursorul acestuia, pentaoxidul de fosfor. După acțiunea
ca inhibitori ai lanțului de reacții radicalice ce au loc în flacără, radicalii liberi se transformă
35 în gaze toxice, cu funcția de anhidride acide: NO_2 , SO_2 , respectiv acid bromhidric. Nivelul
concentrației acestora în gazele de ardere și, implicit, raportarea la dozele ce definesc
37 toxicitatea depind de suprafața materialelor textile ignifugate, consumul specific, volumul
locației și, nu în ultimul rând, viteza procesului de piroliză.

39 Brevetul de invenție **US 5496623 A** descrie o compoziție pentru un ignifugant textil
și un procedeu pentru aplicarea în masă, prin imersia în soluție a substratului textil, o
41 țesătură comercială confecționată din fire de bumbac. Ignifugantul este format dintr-un aduct
uree/acid fosforic, în care raportul molar între componenți este de 6/1. Înaintea utilizării,
43 acesta este condiționat într-un reactor de tip autoclavă, echipat cu agitator mecanic, la
temperatura de $150...160^\circ\text{C}$, timp de 30 min. Produsul rezultat se diluează cu apă până la
45 atingerea unei concentrații de 25% substanță activă, iar soluției rezultate i se adaugă ulterior
un agent de umectare, în proporție scăzută. Aplicarea soluției ignifuge pe suprafața
47 materialului textil se face prin imersia acestuia, care se deplasează continuu în baia de
impregnare, fiind antrenat pe rolele unui calandru, iar după extragerea din soluție, materialul

este trecut continuu prin interstițiul dintre doi tamburi rotativi, unde se definitivează
impregnarea prin aplicarea unei presiuni de 1,2...2,1 bar pe suprafața materialului textil
umectat, totodată fiind recuperat și excedentul de soluție. În continuare, materialul textil
impregnat se deplasează continuu printr-un uscător la temperatură de 155°C. Produsul de
ignifugare prezintă dezavantajul că nu poate fi aplicat și prin procedeul imersiei sau
pulverizării la temperatura ambiantă pe suprafața materialelor textile care fac parte integrantă
dintr-o structură montată de tipul tapițerie, huse, cortine, draperii, etc.

Brevetul de invenție **US 6524653 B1** descrie un procedeu de ignifugare a celulozei,
care presupune "grefarea" unor structuri de tip fosfați de amoniu pe lanțul macromolecular
al poli-beta glucozei, după derivatizarea prealabilă a acesteia prin transformarea grupelor
-OH libere în structuri de tip hidroxieteric:



În care R este un radical alifatic saturat $C_2 \dots C_5$.

Procedeul este aplicabil doar pentru obținerea celulozei ignifugate care urmează a
fi transformată în fire ce vor fi utilizate la producerea de materiale textile, nu și pentru
materialele textile existente, care se cer a fi ignifugate. Aceasta constă în hidroxiaterizarea
prealabilă a celulozei, prin alcoxilare (etoxilare, propoxilare, etc.), urmată de imersia celulozei
alcoxilate într-o soluție apoasă de hidroxid de amoniu la 70°C și apoi în soluție apoasă de
fosfat monoacid de diamoniu la temperatura de 90°C. Se obține o soluție vâscoasă de
celuloză cu structură modificată, care se prelucrează ulterior sub formă de fire, respectiv
materiale textile. Produsul toxic rezultat în urma procesului de piroliză a materialului este
numai dioxidul de azot.

Brevetul de invenție **US 8308997 B2** descrie un procedeu de ignifugare a fibrelor
celulozice naturale sau sintetice, utilizând soluții apoase ce conțin săruri ale acizilor
poliborici: octoborat disodic, tetraboratul de diamoniu, pentaboratul bazic de monoamoniu,
și opțional halogenuri metalice hidrosolubile, respectiv de amoniu, surfactanți anionici sau
cationici, dispersanți, emulgatori și emolienți. Ignifugarea materialului celulozic se face prin
imersare în soluția apoasă, urmată de uscarea și maturarea materialului ignifugat timp de
48 h la temperatura de 70°F sau 21°C. Nivelul emisiilor de noxe (NO_2) este relativ mai redus,
funcția principală de antipirenă fiind preluată de compușii borului, care acționează și în
calitate de ignifuganți termosfumănți.

Cererea de brevet **WO2012040332 A2** descrie compoziții complexe de antipirene sub
formă de soluții apoase, cu un conținut de 5...10% substanțe active, destinate ignifugării
fibrelor sintetice din clasa poliamidelor (de exemplu Nylon 6,6, copolimer de acid adipic și
hexametilendiamină) sau a amestecurilor de fibre celulozice și fibre sintetice. Acestea conțin
fosfați, pirofosfați sau polifosfați de melamină, fosfinați de alchil sau aril, săruri și oxizi ai unei
mari varietăți de metale (Al, Mg, Ti, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, Zr, Mo, Sn, Ba, Bi), aluminosilicați
naturali/argile sub formă de nanoparticule, carbon particule nanotubulare, siloxani, săruri ale
acizilor poliborici, spirofosfați, acizi silicotungstic, fosfotungstic, precum și alți aditivi.
Compozițiile au fost realizate cu scopul declarat de a se renunța la utilizarea antipirenelor
ce conțin derivați halogenați, generatori de acid bromhidric sau clorhidric în cazul expunerii
la flacără. Materialele textile ignifugate sunt destinate unor obiective speciale din domeniul
militar sau civil. Compoziția complexă și diversitatea componentelor presupune un preț ridicat
al acestora, astfel încât nu se justifică utilizarea pentru materialele textile uzuale ce pot fi
ignifugate cu alți produși. Și în brevetul **RO 117864 B1** se dezvoltă un produs ignifug pentru
protecția țesăturilor din fibre celulozice sau în amestec cu fibre sintetice, destinate fabricării
perdelor, cortinelor, mochetelor, care este constituit din 10...25% complex
ureo-formaldehidic, 4...16% compuși cu bor și fosfor, 0,05...1,5% agent de înmuiere,
respectiv produs anionic pe bază de esteri ai acidului sulfosuccinic, 1...2% substanțe
neutralizante, respectiv soluție de sodă caustică sau de hidroxid de sodiu, și 60...80% apă.

RO 131229 B1

1 Dezavantajele utilizării produselor de ignifugare obținute conform invențiilor
cunoscute sunt următoarele:

3 - retardarea flăcării și, implicit, eficacitatea ignifugării sunt limitate în timp, datorită
faptului că antipirenele în formă activă se consumă sau părăsesc suportul textil, antrenate
5 de gazele de ardere;

7 - procesul de retardare a flăcării este însoțit de emisia de gaze toxice: NO_2 , SO_2 , HX
(X = Cl, Br) și parțial CO. Concentrația noxei cel mai frecvent întâlnite în gazele de ardere
(NO_2), admisă în aerul inspirat, conform reglementărilor internaționale este de maximum
9 20 ppm (AIR PRODUCTS Co/SUA - Material Safety Data Sheet/MSDS), iar reperele de
toxicitate acută pentru șobolani sunt de 88 ppm - expunere timp de 4 h, și 115 ppm -
11 expunere timp de 1 h (UNDE AG/Germania-Material Safety Data Sheet/MSDS);

13 - antipirenele solide rezultate prin evaporarea apei de pe suportul textil pătează, într-o
măsură mai mică sau mai mare, suportul textil, fenomenul fiind evident pe suprafața unor
materiale, cum ar fi catifeaua, utilizată ca material pentru draperii, cortine, sau tapet
15 fonoabsorbant. Din acest motiv, producătorii recomandă aplicarea acestora doar pe
suprafața dorsală a materialului, fapt ce reduce eficacitatea ignifugării;

17 - aplicarea în practică a unora dintre procedee este limitată la faza de fabricare a
firelor/fibrelor textile, structurile existente din materialele textile neputând fi ignifugate;

19 - prețurile ridicate ale unor ignifuganți se pot justifica doar în cazul executării de
lucrări speciale.

21 Compoziția pentru ignifugarea materialelor textile, conform invenției, este constituită
dintr-o soluție apoasă care conține o fază omogenă, formată din compus cu fosfor ales dintre
23 metafosfat, ortofosfat, pirofosfat sau polifosfat de amoniu sau poliamoniu, o poliamidă,
preferabil carbodiamidă, acid boric și/sau un poliborat alcalin, un amestec de două săruri,
25 preferabil clorură de litiu și clorură de potasiu, și o fază dispersă, formată dintr-un aduct de
acid fosforic/carbodiamidă, dopat cu vanadat de amoniu și nanocristale de dioxid de siliciu,
27 cu un raport atomic între elementele azot din ionul de amoniu/azot amidic/fosfor/bor/litiu/
/potasiu/siliciu/vanadiu de 15...16/17, 1...18, 2/8, 3...8, 9/0, 5...2/0, 8...1/0, 9...1, 1/0, 1...0, 5/
29 /0, 05...0, 15, și o concentrație a componentelor din faza omogenă și cea dispersă, de
12...22% în greutate, preferabil 15...18%, produsul fiind aplicabil pe materiale textile de tip
31 bumbac 55...100%, cu o greutate specifică de 0,37...2,16 g/cm³, prin impregnare sau
pulverizare în 1...2 straturi.

33 Compoziția pentru ignifugarea materialelor textile, conform invenției, prezintă
următoarele avantaje:

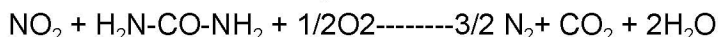
35 - antipirenelor cunoscute ca retardanți de flăcără, produse cu acțiune limitată în timp,
li se adaugă un sistem eutectic cu punct de topire scăzut (sub 400°C), format din săruri
37 hidrosolubile, preferabil clorură de litiu și clorură de potasiu (p.t = 353°C), care, sub acțiunea
temperaturilor ridicate din focar (800...900°C), formează o topitură nevolatilă în stare de
39 fierbere pe suprafața suportului textil, care limitează accesul oxigenului la suprafața
materialului expus unei flăcări exterioare. Componentele acestuia nu părăsesc suportul în
41 timpul expunerii la foc, întrucât temperatura de evaporare este superioară temperaturii de
maximum 900°C, atinse în timpul combustiei unui material textil;

43 - emisia de gaze toxice este redusă, sub nivelele admisibile în aerul inspirat, prin
utilizarea unui sistem catalitic de tip "denox", format dintr-un aduct nanometric de acid
45 fosforic și uree, dopat cu vanadat de amoniu care determină conversia avansată a oxizilor
de azot la azot molecular;

47 - efectul de pătare a materialului textil ignifugat este estompat considerabil sau
complet eliminat prin utilizarea unui sistem de dispersie a luminii format din nanocristale
49 prismatice de dioxid de siliciu.

RO 131229 B1

Compoziția conform invenției este o soluție apoasă de antipirene, pe bază de: 1
 metafosfat, ortofosfat, pirofosfat sau polifosfat de amoniu, respectiv poliamoniu, o poliamidă, 3
 preferabil carbodiamidă, acid boric și/sau un poliborat alcalin, două săruri alcaline A și B 3
 hidrosolubile, în proporții corespunzătoare unui amestec eutectic cu temperatură scăzută de 5
 topire, preferabil clorură de litiu (A) și clorură de potasiu (B), o fază dispersă nanometrică, 5
 formată dintr-un aduct de acid fosforic și carbodiamidă, dopat cu vanadat de amoniu, având 7
 funcția de "catalizator denox" și nanocristale prismatice de dioxid de siliciu, cu funcția de 7
 agent de dispersie a luminii pentru estomparea sau eliminarea fenomenului de pătare a 9
 suportului textil, astfel încât raportul atomic între elementele componente, azot din ionul de 9
 amoniu/azot amidic/fosfor/bor/cation alcalin din A/cation alcalin din B/siliciu/vanadiu, să fie 11
 cuprins între: 15...16/17,1...18,2/8,3...8,9/0,5...2/0,8...1/0,9...1,1/0,1...0,5/0,05...0,15, iar 11
 concentrația componentelor soluției apoase, din faza omogenă și cea dispersă, să fie 13
 cuprinsă între 12...22% greutate, preferabil 15...18% greutate. Viteza procesului de piroliză 13
 pentru un material textil compus din fibre naturale celulozice/bumbac ignifugat prin imersie 15
 sau pulverizare este de 300...500 ori mai scăzută față de același material neignifugat, în 15
 funcție de textură, densitatea volumetrică și, respectiv, grosimea acestuia, datorită efectului 17
 sinergetic retardant de flăcără al fosfaților de amoniu, carbodiamidei și amestecului eutectic 17
 de săruri alcaline A și B. În cazul materialelor textile compuse din amestecuri de fibre 19
 naturale și sintetice, ignifugate cu acest produs, viteza procesului de piroliză este mai 19
 scăzută de circa 100 ori pentru un material ce conține maximum 45% greutate fibră sintetică 21
 și 55% fibră naturală/bumbac. Utilizarea unui "catalizator denox", având ca suport catalitic 21
 aductul nanometric de acid fosforic și carbodiamida, iar ca substanță catalitic activă, 23
 vanadatul de amoniu, determină transformarea cu un randament ridicat a oxizilor de azot, 23
 substanțe nocive, ce însoțesc emisia de gaze, în azot molecular, fenomenul fiind datorat unui 25
 proces catalitic redox, în care agentul reducător este azotul amidic cu număr de oxidare (-2), 25
 iar agentul oxidant este dioxidul de azot cu număr de oxidare (+4) și oxigenul molecular din 27
 aerul comburant, conform ecuației: 27



În continuare, sunt prezentate 8 exemple de realizare a invenției, cu referire la 29
 compoziția soluției ignifuge și a performanțelor privind efectul de retardare a propagării 31
 flăcării. Materialele utilizate au fost: 31

- pânza de bumbac 100% cu densitate volumetrică scăzută (0,46 g/cm³), având 33
 grosimea de 0,5 mm, utilizată pentru confecționarea decorurilor pictate din sălile de 33
 spectacole și a draperiilor din interiorul unor clădiri cu destinație civilă sau industrială;

- pânza de bumbac 100% vopsită, denumită generic doc, cu densitatea volumetrică 35
 scăzută (0,65 g/cm³), având grosimea de 1 mm, utilizată pentru confecționarea decorurilor 35
 pictate din sălile de spectacole; 37

- pânza de bumbac 100% cu densitate volumetrică ridicată (2,16 g/cm³), având 39
 grosimea de 2 mm, utilizată în scopuri industriale; 39

- catifea confecționată din bumbac 100%, vopsită în vișiniu, cu grosimea de 2 mm, 41
 utilizată în sălile de spectacole pentru: cortine, tapițeria scaunelor, tapițerie fonoabsorbantă 41
 pentru pereți;

- material textil de tip țesătură naturală, aplicată pe o inserție formată din fibre 43
 poliesterice, cu un conținut de 45% fibră sintetică, având densitatea scăzută (0,37 g/cm³) și 43
 grosimea de 1,5 mm, destinat confecționării tapițeriilor și huselor pentru scaune, fotolii, 45
 canapele din localuri sau săli de spectacole;

Testele pentru determinarea eficacității ignifugării s-au făcut într-un aparat format dintr-un cadru metalic dreptunghiular/oțel inoxidabil refractar, suspendat pe o tijă verticală, amplasată pe o balanță de precizie. Pe acest cadru se montează epruveta cu dimensiunile de 400 x 150 mm, înclinată sub un unghi de 32° față de verticală, având baza epruvetei la o distanță de 20 (±) 2 mm față de un arzător montat în poziție orizontală, dotat cu 7 orificii/diuze amplasate echidistant pe lungimea de 400 mm a acestuia. Arzătorul este alimentat cu gaz lichefiat butan, evaporat în prealabil, cu debitul reglat printr-un "flowmetru" cu clasa de precizie 1%, valoarea debitului de gaz fiind de 0,50 l/min. Flacăra eșapată prin cele 7 diuze are o lungime medie de 50 mm și se prelinge în mod egal pe ambele fețe ale epruvetei. Durata testului pentru materialul textil neignifugat depinde de inflamabilitatea acestuia, iar în cazul materialului textil ignifugat, durata de expunere la foc este de 10 min.

Eficacitatea ignifugării este definită prin viteza medie de pierdere în greutate, pierderea procentuală de masă a epruvetei, desprinderea de corpuri sau picături arzânde din corpul epruvetei, ce pot genera incendii secundare, și de prezența sau absența unei flăcări remanente pe suprafața materialului, după oprirea arzătorului.

Un număr de 7 exemple de realizare a invenției prezintă comparativ rezultatele testelor pentru materialul textil neignifugat și, respectiv, ignifugat.

Conținutul de dioxid de azot din gazele de ardere a fost măsurat în interiorul tubulaturii de evacuare a acestora, la momentul intensității maxime a flăcării pe suprafața suportului textil. Determinările s-au făcut prin metoda colorimetrică, utilizând în acest scop un aparat DRAGER, conectat la tubulatura de evacuare a gazelor arse, printr-un tub transparent, gradat în unități ppm, ce conține un indicator colorimetric depus pe un suport poros de silicagel. Prin absorbția unui volum determinat de gaze de ardere, are loc colorarea substanței indicatoare pe o anumită lungime a tubului. Citirea concentrației se face la limita maximă de propagare a culorii în tubul indicator. Concentrația dioxidului de azot din aer în perimetrul incintei unde s-au efectuat testele a fost de 2 ppm înaintea începerii experimentărilor.

Exemplul 1

Într-un vas cilindric vertical, echipat cu manta de termostatare și agitator mecanic tip "ultraturax" (maximum 10000 rot/min), confecționat din oțel inoxidabil, se prepară o soluție apoasă de ignifugare, conform invenției, prin dizolvarea componentelor hidrosolubile și suspendarea fazei disperse sub agitare la temperatura de 20°C și turația de 6000 rot/min, timp de 15 min. Componentele hidrosolubile sunt: fosfatul de diamoniu, fosfatul de monoamoniu, carbodiamida, clorura de litiu și clorura de potasiu, în proporție de amestec eutectic (44,3% mol LiCl și 55,7% mol KCl), cu temperatura de topire 353°C, acidul boric, tetraboratul disodic. Faza dispersă nanometrică este formată din aductul de acid fosforic și uree în raport de 1:5, în calitate de suport catalitic impregnat cu catalizatorul vanadat de amoniu, la o concentrație de 5% față de masa totală aduct + catalizator și nanocristalele de dioxid de siliciu având forma prismatică. Conținutul procentual de substanță solidă, determinat gravimetric este de 17,1%, iar proporțiile atomice între elementele chimice definitorii sunt: azot din cationul amoniu/azot amidic/fosfor/bor/litiu/potasiu/siliciu/vanadiu = 15,7/17,3/8,4/0,8/0,9/1,0/0,31/0,08/.

Exemplul 2

Se confecționează din materiale textile 100% bumbac, de culoare bej, cu densitatea de 0,46 g/cm³ și grosimea de 0,5 mm, un număr de 6 epruvete cu dimensiunile de 400 x 150 mm.

RO 131229 B1

Un număr de 3 epruvete rămân neignifugate.	1
Celelalte 3 epruvete, confecționate din pânză de bumbac 100%, se imersează în soluția cu compoziția conform exemplului 1 de realizare a invenției, timp de 5 min, la temperatura de 18°C. După scurgerea și recuperarea soluției excedentare, epruvetele se usucă la temperatura de 23°C, suspendate în poziție verticală, timp de 24 h. Nu se constată pătarea materialului. Conținutul de substanță uscată reținut pe suprafața epruvetelor este, în medie, de 20,6 g/m ² .	3 5 7
Se supun testului la foc, succesiv, conform descrierii prezentate, cele 3 epruvete neignifugate. După aprinderea arzătorului, flacăra se propagă pe toată lungimea de 400 mm în mai puțin de 3 s, iar după 18 s, epruvetele sunt complet distruse, fără nicio remanență de material în cadrul aparatului. Se constată desprinderea unor particule de material carbonizat care cad pe suprafața arzătorului și amplifică temporar intensitatea flăcării generate de arderea gazului butan. Viteza medie a procesului de piroliză a materialului textil, pe durata a 18 s, este de 0,76 g/s.	9 11 13
Se supun testului, în condiții similare, epruvetele ignifugate. Se constată următoarele:	15
- viteza medie de piroliză a materialului este de 0,12 g/min sau 0,002 g/s. Aceasta se referă la pierderea în greutate din materialul textil/unitatea timpului de referință;	17
- pierderea medie totală de masă este de 8,75% din greutatea totală a epruvetei, pe durata expunerii la foc timp de 10 min;	19
- pe toată durata testului nu se constată desprinderea de particule sau picături arzânde;	21
- după oprirea arzătorului, nu se observă flacăra remanentă pe suprafața epruvetelor;	
- viteza procesului de piroliză pentru materialul ignifugat prin procedeul imersiei în soluție pe durata a 5 min este de 380 ori mai mică față de cazul materialului neignifugat, în condițiile date ale testului de încercare la foc;	23 25
- analiza gazelor de ardere, în condițiile prezentate anterior, indică un conținut de 5 ppm NO ₂ , sub limita de 20 ppm admisibilă în aerul inspirat.	27
Exemplul 3	
Se supun ignifugării 3 epruvete din același material cu soluția ignifugă conform invenției, în acord cu exemplele 1 și 2 de realizare a invenției.	29
Aplicarea s-a făcut prin pulverizarea într-un singur strat până la saturația cu soluție a suportului textil. Epruvetele s-au uscat la temperatura de 23°C timp de 24 h. Nu se constată pătarea materialului textil după ignifugarea și uscarea acestuia. Retenția de substanță uscată pe suprafața epruvetelor a fost, în medie, de 19,2 g/m ² .	31 33
După efectuarea testului la foc se constată următoarele:	35
- viteza medie de piroliză a materialului este de 0,15 g/min sau 0,0025 g/s;	
- pierderea medie totală de masă este de 10,93% din greutatea totală a epruvetei, pe durata expunerii la foc timp de 10 min;	37
- nu se desprind particule sau picături arzânde;	39
- după oprirea arzătorului, nu se observă flacăra remanentă pe suprafața epruvetelor;	
- viteza medie a procesului de piroliză pentru materialul ignifugat prin procedeul pulverizării într-un singur strat este de 304 ori mai scăzută față de cazul materialului neignifugat.	41 43
- analiza gazelor de ardere indică un conținut de 7 ppm NO ₂ .	
Exemplul 4	45
Se supun ignifugării 3 epruvete din același material conform exemplelor 1 și 2 de realizare a invenției, cu deosebirea că soluția ignifugă s-a aplicat prin pulverizare în două straturi succesive la un interval de 24 h, după uscarea prealabilă la 23°C a epruvetelor tratate cu primul strat. Nu se constată apariția de pete pe suprafața epruvetelor uscate. Retenția de substanță uscată pe suprafața epruvetelor este, în medie, de 25,6 g/m ² .	47 49

RO 131229 B1

- 1 După efectuarea testului la foc se constată următoarele:
- viteza medie de piroliză a materialului a fost de 0,10 g/min sau 0,0017 g/s;
- 3 - pierderea medie totală de masă este de 7,29% din greutatea totală a epruvetelor;
- nu se desprind particule sau picături arzânde;
- 5 - după oprirea arzătorului, nu se observă flacăra remanentă pe suprafața epruvetelor;
- viteza procesului de piroliză pentru materialul ignifugat prin procedeul pulverizării
- 7 în 2 straturi succesive este de 447 ori mai scăzută față de cazul materialului neignifugat;
- analiza gazelor de ardere indică un conținut de 6 ppm NO₂.

9 Exemplul 5

Se supun ignifugării în condițiile exemplului 1 și 2 de realizare a invenției, un număr
11 de 3 epruvete confecționate din pânză de bumbac 100% de culoare albă, cu grosimea de
1,6 mm și cu densitate ridicată respectiv 2,16 g/cm³. Soluția, de concentrație 17,1%, a fost
13 aplicată pe epruvete prin procedeul unei singure imersii, la temperatura de 18°C, timp de
30 min, pentru a se asigura penetrarea eficientă a materialului dens, de uz industrial. După
15 scurgerea soluției excedentare și uscarea timp de 48 h la temperatura de 23°C, s-a constatat
retenția a 68,8 g/m² substanță uscată. Nu s-a constatat pătarea materialului.

- 17 Rezultatele testului la foc au arătat următoarele:
- viteza medie de piroliză a materialului a fost de 0,06 g/min sau 0,001 g/s;
- 19 - pierderea medie de masă este de 0,63% din greutatea totală a epruvetelor;
- suprafața totală inițială a epruvetelor, de 600 cm² fiecare, nu a suferit practic un
- 21 proces de piroliză care să determine o minimă dezagregare a acesteia. "Linia de bază" a
epruvetei expuse direct focului se păstrează nealterată, epruveta prezentând doar o
23 "afumare" pe o lungime de circa 95 mm;
- analiza gazelor de ardere indică un conținut de 4 ppm NO₂.

25 Exemplul 6

Se confecționează un număr de 6 epruvete din bumbac 100%, țesătură definită ca
27 fiind doc, cu grosimea de 1 mm, vopsit în albastru deschis, cu greutatea specifică de
0,65 g/m², destinat confecționării decorurilor pentru piese de teatru sau operă, din sălile de
29 spectacole.

Un număr de 3 epruvete neignifugate au fost supuse testului la foc în condițiile
31 exemplului 2 de realizare a invenției. După pornirea arzătorului cu butan, flacăra se propagă
pe toată lungimea de 400 mm a epruvetelor în mai puțin de 5 s. Epruvetele sunt practic
33 complet distruse în circa 21 s de la pornirea arzătorului. Viteza medie procesului de piroliză
a fost de 1,23 g/s pentru epruvetele 400 x 150 x 1 mm, având greutatea medie de 26,1 g.

35 Celelalte 3 epruvete au fost ignifugate cu soluție conform exemplului 1 și 4 de
realizare a invenției prin procedeul pulverizării în 2 straturi succesive. După uscare, nu s-a
37 constatat pătarea materialului textil colorat. Retenția de substanță uscată pe suprafața
suportului textil a fost de 47,9 g/m².

- 39 După testul la foc conform exemplurilor 2...5 de realizare a invenției, se constată:
- viteza medie de piroliză a materialului a fost de 0,14 g/min sau 0,0023 g/s;
- 41 - pierderea totală medie de masă este de 5,16% din greutatea totală a epruvetelor;
- nu se desprind corpuri sau picături arzânde pe durata testului;
- 43 - nu există flacăra remanentă pe suprafața materialului după oprirea arzătorului;
- viteza medie a procesului de piroliză a materialului ignifugat a fost de 534 ori mai
- 45 scăzută față de materialul neignifugat;
- concentrația NO₂ în gazele de ardere a fost de 6 ppm.

Exemplul 7

Se confecționează un număr de 6 epruvete din material bumbac 100%, catifea de culoare vișinie, pentru cortina din sălile de spectacole. Epruvetele au dimensiunile de 400 x 150 x 2,5 mm și densitatea de 0,21g/cm³;

Un număr de 3 epruvete neignifugate au fost supuse testului la foc în condițiile exemplului 2 de realizare a invenției. Se constată ca după pornirea arzătorului flacăra se propagă în mai puțin de 3 s pe suprafața pufoasă a materialului, iar epruveta este complet distrusă după 27 s de la pornirea arzătorului. Viteza medie de piroliză a procesului, pe durata a 27 s, a fost de 147 g/s.

Restul de 3 epruvete se ignifughează în acord cu condițiile descrise în exemplele 1 și 3 de realizare a invenției, prin pulverizare într-un singur strat, până la saturarea cu soluție a materialului textil. După uscarea epruvetelor, nu se constată pătarea materialului. Retenția de substanță uscată pe suprafața materialului este de 51,7 g/m².

Testul la foc conform exemplelor 2...6 de realizare a invenției conduc la rezultatele:

- viteza medie de piroliză a materialului a fost de 0,22 g/min sau 0,0035 g/s;
- pierderea medie totală de masă este de 8,33% din greutatea totală a epruvetelor;
- nu se desprind corpuri sau picături arzânde din epruvetele supuse testului;
- nu se constată menținerea unei flăcări remanente pe suportul textil, după oprirea arzătorului;

- viteza medie procesului de piroliză pentru materialul ignifugat a fost de 334 ori mai scăzută față de materialul neignifugat;

- concentrația NO₂ în gazele de ardere a fost de 8 ppm;

Exemplul 8

Se confecționează un număr de 6 epruvete din material textil în amestec de 55% bumbac și 45% poliester, utilizat pentru confecționarea de tapițerii sau huse pentru scaune și canapele. Grosimea acestuia este de 1,5 mm și densitatea volumetrică de 0,37 g/cm³. Culoarea materialului este bej cu o ușoară tentă de mov. Epruvetele au aceeași dimensiune standard de 400 x 150 mm.

Un număr de 3 epruvete neignifugate sunt supuse testului la foc în condițiile exemplurilor 2, 6 și 7 de realizare a invenției.

Rezultatele testului la foc sunt:

- epruveta este distrusă în proporție de 70% după o expunere la foc de 60 s;
- arderea este însoțită de desprinderea de picături arzânde de poliester topit care prezintă o remanentă a flăcării de peste 10 s;

- flacăra se propagă pe suprafața materialului dar este întreruptă de ruperea unui "aliniament" de material în stare arzândă, pe toată lățimea de 150 mm a epruvetelor, din cauza topirii poliesterului pe secțiunea respectivă;

- viteza medie de piroliză pentru materialul neignifugat este de 0,34 g/s;

Restul de 3 epruvete se supun ignifugării prin procedeul imersiei în conformitate cu exemplul 2 de realizare a invenției. Retenția de material solid pe suprafața epruvetelor acestora a fost de 45,2 g/m². Nu s-a constatat pătarea materialului ignifugat după uscarea acestuia.

Testul la foc conform exemplelor 2...7 de realizare a invenției arată următoarele rezultate:

- viteza medie de piroliză este de 0,17 g/min sau 0,0028 g/s;
- pierderea medie totală de masă este de 5,8% din greutatea totală a epruvetelor;
- se desprind un număr redus de picături formate din poliester topit, dar care nu ard;
- flacăra nu se propagă pe suprafața materialului ignifugat;
- nu există flacăra remanentă pe suprafața materialului după oprirea arzătorului cu butan;

- viteza medie a procesului de piroliză pentru materialul ignifugat este de 121 ori mai scăzută decât în cazul aceluiași material, neignifugat;

- concentrația NO₂ în gazele de ardere a fost de 8 ppm.

1

Revendicare

3

5

7

9

11

13

Compoziție pentru ignifugarea materialelor textile, **caracterizată prin aceea că** este constituită dintr-o soluție apoasă care conține o fază omogenă, formată din compus cu fosfor ales dintre metafosfat, ortofosfat, pirofosfat sau polifosfat de amoniu sau poliamoniu, o poliamidă, preferabil carbodiamidă, acid boric și/sau un poliborat alcalin, un amestec de două săruri, preferabil clorură de litiu și clorură de potasiu, și o fază dispersă, formată dintr-un aduct de acid fosforic/carbodiamidă, dopat cu vanadat de amoniu și nanocristale de dioxid de siliciu, cu un raport atomic între elementele azot din ionul de amoniu/azot amidic/fosfor/bor/litiu/potasiu/siliciu/vanadiu de 15...16/17,1...18,2/8,3...8,9/0,5...2/0,8...1/0,9...1,1/0,1...0,5/0,05...0,15, și o concentrație a componentelor din faza omogenă și cea dispersă, de 12...22% în greutate, preferabil 15...18%, produsul fiind aplicabil pe materiale textile de tip bumbac 55...100%, cu o greutate specifică de 0,37...2,16 g/cm³, prin impregnare sau pulverizare în 1...2 straturi.



Editare și tehoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 227/2018