



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2016 00007

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

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

(71) Solicitant:
• 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;

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

(54) COMPOZIȚIE PENTRU IGNIFUGAREA MATERIALELOR
TEXTILE

(57) Rezumat:

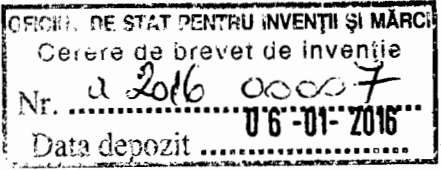
Invenția se referă la o compoziție pentru ignifugarea materialelor textile. Compoziția conform invenției este o soluție apoasă de antipirene, care conține o fază omogenă, formată din metafosfat, ortofosfat, pirofosfat sau polifosfat de amoniu sau poliamoniu, o poliamidă, preferabil carbodiamidă, acid boric și/sau un poliborat alcalin; două săruri alcaline A și B hidrosolubile, preferabil, clorura de litiu și clorura de potasiu, și o fază dispersă, formată dintr-un aduct de acid fosforic/carbodi- amidă, 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/cation alcalin din A/cation alcalin din B/ 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 soluției apoase, din faza omogenă și cea dispersă, de 12...22% în greutate.

Revendicări: 8

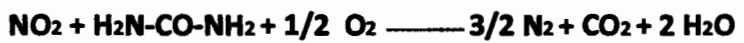


26



DESCRIEREA INVENTIEI

Inventia se refera la o compozitie pentru ignifugarea materialelor textile, caracterizata prin aceea ca aceasta este o solutie apoasa de antipirene pe baza de: metafosfat, ortofosfat, pirofosfat sau polifosfat de amoniu respectiv poliamoniu, o poliamida, preferabil carbodiamida, acid boric si/sau un poliborat alcalin, doua saruri alcaline A si B hidrosolubile in proportii corespunzatoare unui amestec eutectic cu temperatura scazuta de topire, preferabil clorura de litiu (A) si clorura de potasiu (B), o faza dispersa nanometrica formata dintrun aduct de acid fosforic si carbodiamida, dopat cu vanadat de amoniu avand functia de "catalizator denox" si nanocristale prismatice de dioxid de siliciu cu functia de agent de dispersie a luminii pentru estomparea sau eliminarea fenomenului de patare a suportului textil, astfel incat raportul atomic intre elementele componente: azot din ionul de amoniu /azot amidic / fosfor / bor / cation alcalin din A / cation alcalin din B / siliciu /vanadiu / sa fie cuprins intre: 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 concentratia componentelor solutiei apoase, din faza omogena si cea dispersa sa fie cuprinsa intre 12 – 22% greutate, preferabil 15 – 18% greutate. Viteza procesului de piroliza pentru un material textil compus din fibre naturale celulozice/bumbac ignifugat prin imersie sau pulverizare este de 300 – 500 ori mai scazuta fata de acelasi material neignifugat, in functie de textura, densitatea volumetrica si respectiv grosimea acestuia, datorita efectului sinergetic retardant de flacara al fosfatilor de amoniu, carbodiamidei si amestecului eutectic de saruri alcaline A si B. In cazul materialelor textile compuse din amestecuri de fibre naturale si sintetice, ignifugate cu acest produs, viteza procesului de piroliza este mai scazuta de cca 100 ori pentru un material ce contine maximum 45% greutate fibra sintetica si 55% fibra naturala/bumbac. Utilizarea unui "catalizator denox", avand ca suport catalitic aductul nanometric de acid fosforic si carbodiamida iar ca substanta catalitic activa vanadatul de amoniu, determina transformarea cu un randament ridicat a oxizilor de azot, substante nocive, ce insotesc emisia de gaze, in azot molecular, fenomenul fiind datorat unui proces catalitic redox in care agentul reductor este azotul amidic cu numar de oxidare (-2) iar agentul oxidant este dioxidul de azot cu numar de oxidare (+4) si oxigenul molecular din aerul comburant, conform ecuatiei:



Se cunosc solutii pentru ignifugarea materialelor textile ce contin fosfati de amoniu, poliamoniu, alchil sau arilamoniu, sulfati de amoniu, sau alchil amoniu, poliamide, acid fosforic, polifosforic si pirofosforic, esterii anorganici ai unor oxiacizi cu continut de fosfor, derivati halogenati alifatici, arilalifatici sau aromatici, cu sau fara adaus de compusi ai borului respectiv acid boric, poliborati alcalini si de amoniu. Antipirenele in forma activa, rezultate prin descompunere termica, sunt monoxidul de azot, monoxidul de sulf respectiv halogenul in stare atomica, ca inhibitori ai reactiei radicalice de propagare a flacarii, aceasta fiind partial oprita la faza de formare a unor depozite de carbon greu inflamabile. Pentaoxidul de fosfor rezultat printrun proces pirolitic, reactioneaza cu grupele -OH libere ale celulozei, in prezenta apei rezultate din combustie, formand structuri de tip esterii anorganici. Prin piroliza acestora rezulta depozite de negru de fum, greu inflamabil pe suprafata suportului, vapori de apa si acid fosforic. Acesta din urma reia ciclul : esterificare piroliza carbon + apa + acid fosforic. Actiunea de retardare a flacarii, in timp, este limitata de faptul ca oxizii de azot si sulf la valenta superioara (NO₂ si SO₂) respectiv hidracizii halogenilor (HCl, HBr), rezultati din monoxizii (NO si SO) si atomii de halogen (Br, Cl) ca structuri active retardante ale

flacarii, sunt inactivi fiind antrenati de gazele de ardere. Pentaoxidul de fosfor care sublimeaza la 350 grd. C, paraseste treptat suportul textil, antrenat de gazele de ardere, inainte de-a se transforma in acid fosforic si apoi in ester anorganic. In final retardarea flacarii nu mai este posibila iar piroliza fibrei celulozice evolueaza spre fazele puternic exoterme cu formarea unui amestec de mono si dioxid de carbon:

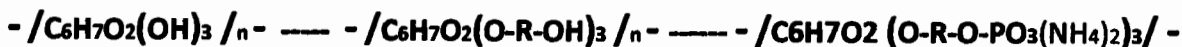


Sarurile de bor actioneaza in principal ca ignifuganti termosfumanti dar efectul acestora este limitat de solubilitatea relativ scazuta in apa si implicit un continut redus pe suprafata suportului textile.

Brevetul de inventie US 4842611 A/1989 descrie o compozitie pentru solutia apoasa de ignifugare formata din fosfat de mono si diamoniu, sulfat de diamoniu, bromura de amoniu si uree utilizata atat pentru tratarea materialelor textile confectionate din fibre naturale cat si pentru cele in amestec sau sintetice din clasa poliamidelor. Aceasta se aplica pe suprafata suportului textil prin procedeul imersiei. Produsul are o eficacitate buna, cu referire la retardarea flacarii, atat timp cat antipirenele furnizeaza radicali liberi retardanti de flacara (NO, SO, Br) si acid fosforic din precursorul acestuia pentaoxidul de fosfor. Dupa actiunea ca inhibitori ai lantului de reactii radicalice ce au loc in flacara, radicalii liberi se transforma in gaze toxice, cu functia de anhidride acide : NO₂, SO₂ respectiv acid bromhidric. Nivelul concentratiei acestora in gazele de ardere si implicit raportarea la dozele ce definesc toxicitatea, depinde de suprafata materialelor textile ignifugate, consumul specific, volumul locatiei si nu in ultimul rand de viteza procesului de piroliza.

Brevetul de inventie US 5496623 A/1996 descrie o compozitie pentru un ignifugant textil si un procedeu pentru aplicarea in masa, prin imersia in solutie a substratului textil, o tesatura comerciala confectionata din fire de bumbac . Ignifugantul este format dintrun aduct uree/acid fosforic in care raportul molar intre componentii este de 6/1 . Inaintea utilizarii acesta este conditionat intrun reactor de tip autoclava, echipat cu agitator mecanic, la temperatura de 150 – 160 grd C, timp de 30 minute. Produsul rezultat se dilueaza cu apa pana la atingerea unei concentratii de 25% substanta activa iar solutiei rezultate i se adauga ulterior un agent de umectare, in proportie scazuta. Aplicarea solutiei ignifuge pe suprafata materialului textil se face prin imersia acestuia, care se depalseaza continuu in baia de impregnare, fiind antrenat pe rolele unui calandru iar dupa extragerea din solutie materialul este trecut continuu prin interstitiul dintre doi tamburi rotativi, unde se definitiveaza impregnarea prin aplicarea unei presiuni de 1,2...2,1 bar pe suprafata materialului textil umectat, totodata fiind recuperat si excedentul de solutie. In continuare materialul textil impregnat se deplaseaza continuu printrun uscator la temperature de 155 grd. C. Produsul de ignifugare prezinta dezavantajul ca nu poate fi aplicat si prin procedeul imersiei sau pulverizarii la temperatura ambianta pe suprafata materialelor textile ce fac parte integranta dintrun structura montata de tipul tapiterie, huse, cortine, draperii, etc.

Brevetul de inventie US 6524653 B1/2003 descrie un procedeu de ignifugare a celulozei care presupune "grefarea" unor structuri de tip fosfati de amoniu pe lantul macromolecular al poli-beta glucozei, dupa derivatizarea prealabila a acesteia prin transformarea grupelor -OH libere in structuri de tip hidroxieteric:



In care R este un radical alifatic saturat C₂...C₅.

Procedeul este aplicabil doar pentru obtinerea celulozei ignifugate care urmeaza a fi transformata in fire ce vor fi utilizate la producerea de materiale textile, nu si pentru materialele textile existente, care se cer a fi ignifugate. Aceasta consta in hidroxialchilarea prealabila a celulozei, prin alcoxilare (etoxilare, propoxilare, etc.), urmata de imersia celulozei alcoxilate intr-o solutie apoasa de hidroxid de amoniu la 70 grd C si apoi in solutie apoasa de fosfat monoacid de diamoniu la temperatura de 90 grd.C . Se obtine o solutie vascoasa de celuloza cu structura modificata, care se prelucreaza ulterior sub forma de fire respectiv materiale textile. Produsul toxic rezultat in urma procesului de piroliza a materialului este numai dioxidul de azot.

Brevetul de inventie US 8308997 B2/2012 descrie un procedeu de ignifugare a fibrelor celulozice naturale sau sintetice utilizand solutii apoase ce contin saruri ale acizilor poliborici: octoborat disodic, tetraboratul de diamoniu, pentaboratul bazic de monoamoniu, iar optional halogenuri metalice hidrosolubile respectiv de amoniu, surfactanti anionici sau cationici, dispersanti, emulgatori si emolienti. Ignifugarea materialului celulozic se face prin imersie in solutia apoasa, urmata de uscarea si maturarea materialului ignifugat timp de 48 ore la temperatura de 70 grd. F sau 21 grd. C Nivelul emisiilor de noxe (NO₂) este relativ mai redus, functia principala de antipirena fiind preluata de compusii borului care actioneaza si in calitate de ignifuganti termosfumanti .

Brevetul de inventie WO2012040332 A2/2012 descrie compozitii complexe de antipirene sub forma de solutii apoase, cu un continut de 5...10% substante active, destinate ignifugarii fibrelor sintetice din clasa poliamidelor (ex. Nylon 6,6, copolimer de acid adipic si hexametildiamina) sau a amestecurilor de fibre celulozice si fibre sintetice. Acestea contin fosfati, pirofosfati sau polifosfati de melamina, fosfinati de alchil sau aril, saruri si oxizi ai unei mari varietati de metale (Al, Mg, Ti, Cr, Mn, Fe, Cu, Zn, Zr, Mo, Sn, Ba, Bi), aluminosilicati naturali/argile sub forma de nanoparticule, carbon particule nanotubulare, siloxani, saruri ale acizilor poliborici, spirofosfati, acizi silicotungstic, fosfotungstic precum si alti aditivi. Compozitiile au fost realizate cu scopul declarat de a se renunta la utilizarea antipirenelor ce contin derivati halogenati, generatori de acid bromhidric sau clorhidric in cazul expunerii la flacara. Materialele textile ignifugate sunt destinate unor obiective speciale din domeniul militar sau civil. Compozitia complexa si diversitatea componentelor presupune un pret ridicat al acestora, astfel incat nu se justifica utilizarea pentru materialele textile uzuale ce pot fi ignifugate cu alti produse.

Dezavantajele utilizarii produselor de ignifugare obtinute conform inventiilor cunoscute sunt urmatoarele:

-Retardarea flacarii si implicit eficacitatea ignifugarii sunt limitate in timp datorita faptului ca antipirenele in forma activa se consuma sau parasesc suportul textil, antrenate de gazele de ardere;
-Procesul de retardare a flacarii este insotit de emisia de gaze toxice: NO₂, SO₂, HX (X = Cl, Br) si partial CO. Concentratia noxei cel mai frecvent intalnita in gazele de ardere (NO₂), admisa in aerul inspirat, conform reglementarilor internationale este de max. 20 ppm (AIR PRODUCTS Co/SUA – Material Safety Data Sheet/MSDS) iar reperatele de toxicitate acuta pentru sobolani sunt de 88 ppm-expunere timp de 4 ore si 115 ppm-expunere timp de o ora (LINDE AG/Germania-Material Safety Data Sheet/MSDS).

-Antipirenele solide rezultate prin evaporarea apei de pe suportul textil pateaza intr-o masura mai mica sau mai mare suportul textil, fenomenul fiind evident pe suprafata unor materiale cum ar fi catifeaua, utilizata ca material pentru draperii, cortine, sau tapet fonoabsorbant. Din acest motiv producatorii recomanda aplicarea acestora doar pe suprafata dorsala a materialului, fapt ce reduce eficacitatea ignifugarii;

-Aplicarea in practica a unora dintre procedee este limitata la faza de fabricare a firelor/fibrelor textile, structurile existente din materialele textile neputand fi ignifugate;

-Preturile ridicate ale unor ignifuganti se pot justifica doar in cazul executarii de lucrari speciale.

Produsul de ignifugare pentru materialele textile, conform inventiei, inlatura dezavantajele procedeelor cunoscute prin aceea ca:

-Antipirenelor cunoscute ca retardanti de flacara, produse cu actiune limitata in timp, li se adauga un sistem eutectic cu punct de topire scazut (sub 400 grd. C), format din saruri hidrosolubile preferabil clorura de litiu si clorura de potasiu (p.t = 353 grd C), care sub actiunea temperaturilor ridicate din focar (800 – 900 grd C) formeaza o topitura nevolatila in stare de fierbere pe suprafata suportului textil, care limiteaza accesul oxigenului la suprafata materialului expus unei flacari exterioare. Componentele acestuia nu parasesc suportul in timpul expunerii la foc intucat temperatura de evaporare este superioara temperaturii de max. 900 grd C, atinse in timpul combustiei unui material textil;

-Emisia de gaze toxice este redusa, sub nivelele admisibile in aerul inspirat , prin utilizarea unui sistem catalitic de tip "denox", format dintrun aduct nanometric de acid fosforic si uree, dopat cu vanadat de amoniu care determina conversia avansata a oxizilor de azot la azot molecular;

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

In continuare sunt prezentate 8 exemple de realizare a inventiei cu referire la compozitia solutiei ignifuge si a performantelor privind efectul de retardare a propagarii flacarii. Materialele utilizate au fost:

-Panza de bumbac 100% cu densitate volumetrica scazuta (0,46 g/cmc), avand grosimea de 0,5 mm, utilizata pentru confectionarea decorurilor pictate din salile de spectacole si a draperiilor din interiorul unor cladiri cu destinatie civila sau industriala;

-Panza de bumbac 100% vopsita, denumita generic doc, cu densitatea volumetrica scazuta (0,65 g/cmc), avand grosimea de 1 mm, utilizata pentru confectionarea decorurilor pictate din salile de spectacole;

-Panza de bumbac 100% cu densitate volumetrica ridicata (2,16 g/cmc), avand grosimea de 2 mm, utilizata in scopuri industriale;

-Catifea confectionata din bumbac 100%, vopsita in visiniu, cu grosimea de 2 mm, utilizata in salile de spectacole pentru; cortine, tapiteria scaunelor, tapiterie fonoabsorbanta pentru pereti.

-Material textil de tip tesatura naturala, aplicata pe o insertie formata din fibre poliesterice, cu un continut de 45% fibra sintetica, avand densitatea scazuta (0,37 g/cmc) si grosimea de 1,5 mm, destinat confectionarii tapiteriilor si huselor pentru scaune, fotolii, canapele din localuri sau sali de spectacole;

Testele pentru determinarea eficacitatii ignifugarii s-au facut intrun aparat format dintrun cadru metalic dreptunghiular/otel inoxidabil refractar, suspendat pe o tija verticala, amplasata pe o balanta de precizie. Pe acest cadru se monteaza epruveta cu dimensiunile de 400 x 150 mm, inclinata sub un unghi de 32 grd fata de verticala, avand baza epruvetei la o distanta de 20 (+,-) 2 mm fata de un arzator montat in pozitie orizontala, dotat cu 7 orificii/diuze amplasate echidistant pe lungimea de 400 mm a acestuia. Arzatorul este alimentat cu gaz lichefiat butan, evaporat in prealabil, cu debitul reglat printrun "flowmetru" cu clasa de precizie 1% , valoarea debitului de gaz fiind de 0,50 litri/minut. Flacara esapata prin cele 7 diuze are o lungime medie de 50 mm si se prelinge in mod egal pe ambele fete ale epruvetei. Durata testului pentru materialul textil neignifugat depinde de

inflamabilitatea acestuia iar in cazul materialului textil ignifugat durata de expunere la foc este de 10 minute.

Eficacitatea ignifugarii este definita prin viteza medie de pierdere in greutate, pierderea procentuala de masa a epruvetei, desprinderea de corpuri sau picaturi arzande din corpul epruvetei ce pot genera incendii secundare si de prezenta sau absenta unei flacari remanente pe suprafata materialului, dupa oprirea arzatorului.

Un numar de 7 exemple de realizare a inventiei prezinta comparativ rezultatele testelor pentru materialul textil neignifugat si respectiv ignifugat .

Continutul de dioxid de azot din gazele de ardere a fost masurat in interiorul tubulaturii de evacuare a acestora, la momentul intensitatii maxime a flacarii pe suprafata suportului textil. Determinarile s-au facut prin metoda colorimetrica, utilizand in acest scop un aparat DRAGER, conectat la tubulatura de evacuare a gazelor arse, printrun tub transparent, gradat in unitati ppm ce contine un indicator colorimetric depus pe un suport poros de silicagel. Prin absorbtia unui volum determinat de gaze de ardere are loc colorarea substantei indicatoare pe o anumita lungime a tubului. Citirea concentratiei se face la limita maxima de propagare a culorii in tubul indicator. Concentratia dioxidului de azot din aer in perimetrul incintei unde s-au efectuat testele a fost de 2 ppm inaintea inceperii experimentarilor.

Exemplul 1:

Intrun vas cilindric vertical, echipat cu manta de termostatare si agitator mecanic tip "ultraturax" (max. 10.000 rot/minut), confectionat din otel inoxidabil se prepara o solutie apoasa de ignifugare, conform inventiei, prin dizolvarea componentelor hidrosolubile si suspendarea fazei disperse sub agitare la temperatura de 20 grd C si turatia de 6.000 rotatii/minut, timp de 15 minute. Componentele hidrosolubile sunt: fosfatul de diamoniu, fosfatul de monoamoniu, carbodiamida, clorura de litiu si clorura de potasiu in proportie de amestec eutectic (44,3 % mol LiCl si 55,7% mol KCl), cu temperatura de topire 353 grd C, acidul boric, tetraboratul disodic. Faza dispersa nanometrica este formata din aductul de acid fosforic si uree in raport de 1 : 5, in calitate de suport catalitic impregnat cu catalizatorul vanadat de amoniu la o concentratie de 5% fata de masa totala aduct + catalizator si nanocristalele de dioxid de siliciu avand forma prismatica. Continutul procentual de substanta solida, determinat gravimetric este de 17,1 % iar proportiile atomice intre elementele chimice definatorii 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 confectioneaza din material textile 100 % bumbac, de culoare bej, cu densitatea de 0,46 g/cm³ si grosimea de 0,5 mm, un numar de 6 epruvete cu dimensiunile de 400 x 150 mm.

Un numar de 3 epruvete raman neignifugate.

Celelalte 3 epruvete, confectionate din panza de bumbac 100%, se imerseaza in solutia cu compozitia conform exemplului 1 de realizare a inventiei, timp de 5 minute, la temperatura de 18 grd C. Dupa scurgerea si recuperarea solutiei excedentare, epruvetele se usuca la temperatura de 23 grd C, suspendate in pozitie verticala, timp de 24 ore. Nu se constata patarea materialului. Continutul de substanta uscata retinut pe suprafata epruvetelor este in medie de 20,6 g/mp.

Se supun testului la foc, succesiv, conform descrierii prezentate, cele 3 epruvete neignifugate. Dupa aprinderea arzatorului flacara se propaga pe toata lungimea de 400 mm in mai putin de 3

secunde iar dupa 18 secunde epruvetele sunt complet distruse, fara nicio remanenta de material in cadrul aparatului. Se constata desprinderea unor particule de material carbonizat care cad pe suprafata arzatorului si amplifica temporar intensitatea flacarii generate de arderea gazului butan.

-Viteza medie a procesului de piroliza a materialului textil, pe durata a 18 secunde, este de 0,76 g/s.

Se supun testului in conditii similare epruvetele ignifugate. Se constata urmatoarele:

-Viteza medie de piroliza a materialului este de 0,12 g/minut sau 0,002 g/s. Aceasta se refera la pierderea in greutate din materialul textil/unitatea timpului de referinta.

-Pierderea medie totala de masa este de 8,75% din greutatea totala a epruvetei, pe durata expunerii la foc timp de 10 minute;

-Pe toata durata testului nu se constata desprinderea de particule sau picaturi arzande;

-Dupa oprirea arzatorului nu se observa flacara remanenta pe suprafata epruvetelor;

-Viteza procesului de piroliza pentru materialul ignifugat prin procedeul imersiei in solutie pe durata a 5 minute este de 380 ori mai mica fata de cazul materialului neignifugat, in conditiile date ale testului de incercare la foc.

-Analiza gazelor de ardere, in conditiile anterior prezentate, indica un continut de 5 ppm NO₂, sub limita de 20 ppm admisibila in aerul inspirat.

Exemplul 3:

Se supun ignifugarii 3 epruvete din acelasi material cu solutia ignifuga conform inventiei, in acord cu exemplele 1 si 2 de realizare a inventiei.

Aplicarea s-a facut prin pulverizarea intrun singur strat pana la saturarea cu solutie a suportului textil. Epruvetele s-au uscat la temperatura de 23 grd C timp de 24 ore. Nu se constata patarea materialului textil dupa ignifugarea si uscarea acestuia. Retentia de substanta uscata pe suprafata epruvetelor a fost in medie de 19,2 g/m.p.

Dupa efectuarea testului la foc se constata urmatoarele:

-Viteza medie de piroliza a materialului este de 0,15 g/minut sau 0,0025 g/s;

-Pierderea medie totala de masa este de 10,93% din greutatea totala a epruvetei, pe durata expunerii la foc timp de 10 minute;

-Nu se desprind particule sau picaturi arzande;

-Dupa oprirea arzatorului nu se observa flacara remanenta pe suprafata epruvetelor;

-Viteza medie a procesului de piroliza pentru materialul ignifugat prin procedeul pulverizarii intrun singur strat este de 304 ori mai scazuta fata de cazul materialului neignifugat.

-Analiza gazelor de ardere indica un continut de 7 ppm NO₂.

Exemplul 4:

Se supun ignifugarii 3 epruvete din acelasi material conform exemplelor 1 si 2 de realizare a inventiei, cu deosebirea ca solutia ignifuga s-a aplicat prin pulverizare in doua straturi succesive la un interval de 24 ore, dupa uscarea prealabila la 23 grd. C a epruvetelor tratate cu primul strat. Nu se constata aparitia de pete pe suprafata epruvetelor uscate. Retentia de substanta uscata pe suprafata epruvetelor este in medie de 25,6 g/m.p.

Dupa efectuarea testului la foc se constata urmatoarele:

-Viteza medie de piroliza a materialului a fost de 0,10 g/minut sau 0,0017 g/s;

-Pierderea medie totala de masa este de 7,29 % din greutatea totala a epruvetelor;

-Nu se desprind particule sau picaturi arzande;

- Dupa oprirea arzatorului nu se observa flacara remanenta pe suprafata epruvetelor;
- Viteza procesului de piroliza pentru materialul ignifugat prin procedeul pulverizarii in 2 straturi succesive este de 447 ori mai scazuta fata de cazul materialului neignifugat;
- Analiza gazelor de ardere indica un continut de 6 ppm NO₂.

Exemplul 5:

Se supun ignifugarii in conditiile exemplului 1 si 2 de realizare a inventiei, un numar de 3 epruvete confectionate din panza de bumbac 100% de culoare alba, cu grosimea de 1,6 mm si cu densitate ridicata respectiv 2,16 g/cm³. Solutia, de concentratie 17,1%, a fost aplicata pe epruvete prin procedeul unei singure imersii, la temperatura de 18 grd C, timp de 30 minute pentru a se asigura penetrarea eficienta a materialului dens, de uz industrial. Dupa scurgerea solutiei excedentare si uscarea timp de 48 ore la temperatura de 23 grd C s-a constatat retentia a 68,8 g/mp substanta uscata. Nu sa constatat patarea materialului.

Rezultatele testului la foc au aratat urmatoarele:

- Viteza medie de piroliza a materialului a fost de 0,06 g/minut sau 0,001 g/s;
- Pierderea medie de masa este de 0,63 % din greutatea totala a epruvetelor;
- Suprafata totala initiala a epruvetelor de 600 cm² fiecare, nu a suferit practic un proces de piroliza care sa determine o minima dezagregare a acesteia. "Linia de baza" a epruvetei expuse direct focului se pastreaza nealterata, epruveta prezentand doar o "afumare" pe o lungime de cca 95 mm;
- Analiza gazelor de ardere indica un continut de 4 ppm NO₂.

Exemplul 6:

Se confectioneaza un numar de 6 epruvete din bumbac 100% tesatura definita ca fiind doc, cu grosimea de 1 mm, vopsit in albastru deschis, cu greutatea specifica de 0,65 g/mp, destinat confectionarii decorurilor pentru piese de teatru sau opera, din salile de spectacole.

Un numar de 3 epruvete neignifugate au fost supuse testului la foc in conditiile exemplului 2 de realizare a inventiei. Dupa pornirea arzatorului cu butan, flacara se propaga pe toata lungimea de 400 mm a epruvetelor in mai putin de 5 secunde. Epruvetele sunt practic complet distruse in cca 21 secunde de la pornirea arzatorului. Viteza medie procesului de piroliza a fost de 1,23 g/s pentru epruvetele 400 x 150 x 1 mm, avand greutatea medie de 26,1 g.

Celelalte 3 epruvete au fost ignifugate cu solutie conform exemplului 1 si 4 de realizare a inventiei prin procedeul pulverizarii in 2 straturi succesive. Dupa uscare nu s-a constatat patarea materialului textil colorat. Retentia de substanta uscata pe suprafata suportului textil a fost de 47,9 g/mp.

Dupa testul la foc conform exemplelor 2...5 de realizare a inventiei se constata:

- Viteza medie de piroliza a materialului a fost de 0,14 g/min sau 0,0023 g/s;
- Pierderea totala medie de masa este de 5,16% din greutatea totala a epruvetelor;
- Nu se desprind corpuri sau picaturi arzande pe durata testului;
- Nu exista flacara remanenta pe suprafata materialului dupa oprirea arzatorului;
- Viteza medie a procesului de piroliza a materialului ignifugat a fost de 534 ori mai scazuta fata de materialul neignifugat;
- Concentratia NO₂ in gazele de ardere a fost de 6 ppm.

Exemplul 7:

Se confecționează un număr de 6 epruvete din material bumbac 100%, catifea de culoare visinie pentru cortina din salile 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 că după pornirea arzătorului flacăra se propagă în mai puțin de 3 secunde pe suprafața pufoasă a materialului iar epruveta este complet distrusă după 27 de secunde de la pornirea arzătorului. Viteza medie de piroliză a procesului, pe durata a 27 secunde, a fost de 1,17 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 patarea materialului. Retenția de substanță uscată pe suprafața materialului este de 51,7 g/mp.

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/minut sau 0,0035 g/s;
- Pierdere medie totală de masă este de 8,33 % din greutatea totală a epruvetelor;
- Nu se desprind corpuri sau picături arzând 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 tapiterii 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 secunde;
- Arderea este însoțită de desprinderea de picături arzând de poliester topit care prezintă o remanentă a flăcării de peste 10 secunde;
- 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/mp. Nu s-a constatat patarea 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/minut sau 0,0028 g/s;
- Pierdere 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;

- Flacara nu se propaga pe suprafata materialului ignifugat;
- Nu exista flacara remanenta pe suprafata materialului dupa oprirea arzatorului cu butan;
- Viteza medie a procesului de piroliza pentru materialul ignifugat este de 121 ori mai scazuta fata cazul aceluiasi material neignifugat;
- Concentratia NO₂ in gazele de ardere a fost de 8 ppm.

[Handwritten signature]

REVEDICARI

- 1. Compozitie pentru ignifugarea materialelor textile, caracterizata prin aceea ca aceasta este o solutie apoasa compusa dintr-o faza omogena formata din anti-pirene pe baza de metafosfat, ortofosfat, polifosfat sau pirofosfat de amoniu respectiv poliamoniu, preferabil fosfatii de mono si diamoniu, o poliamida, preferabil carbodiamida, acid boric si/sau un poliborat alcalin, preferabil tetraboratul disodic, un amestec de doua saruri A si B in proportia corespunzatoare unui amestec eutectic cu punct de topire scazut, preferabil clorura de litiu si clorura de potasiu, o faza dispersa nanometrica ce contine un "catalizator denox" format dintr-un aduct de acid fosforic/uree avand rolul de suport catalitic respectiv vanadatul de amoniu ca substanta catalitic activa si dioxid de siliciu cristale nanometrice de forma prismatica ca agent de dispersie a luminii pentru estomparea sau eliminarea efectului de patare a suportului textil, caracterizata prin aceea ca raportul atomic intre elementele chimice definitorii din compozitia substantelor respective: azot din cationul amoniu / azot amidic / fosfor / bor / litiu / potasiu / siliciu / vanadiu este cuprins intre: 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 /, concentratia componentelor din faza omogena si respectiv faza dispersa nanometrica fiind cuprinsa intre 12 - 22% greutate, preferabil 15 - 18% greutate, produsul fiind aplicabil pe suprafata materialului textil atat prin procedeul imersiei cat si al pulverizarii, la temperatura ambianta.**
- 2. Cresterea eficacitatii ignifugarii pentru materialele textile confectionate din bumbac 100% avand o greutate specifica redusa, de 0,46 g/cmc si respectiv 0,65 g/cmc, impregnat cu solutia ignifuga conform revendicarii 1 si exemplelor 1, 2 respectiv 6 de realizare a inventiei, avand raportul atomic intre componentele definitorii: azot din ionul amoniu / azot amidic / fosfor / bor / litiu / potasiu / siliciu / vanadiu de 15,7 / 17,3 / 8,4 / 0,8 / 0,9 / 1,0 / 0,35 / 0,08, prin procedeul de imersie la temperatura de 18 grd C, pe durata de 5 minute, exprimata prin scaderea vitezei procesului de piroliza de 380 ori respectiv 534 ori fata de acelasi material neignifugat, fara mentinerea unei flacari remanente dupa oprirea arzatorului cu butan.**
- 3. Cresterea eficacitatii ignifugarii pentru o tesatura din bumbac 100%, avand o greutate specifica ridicata de 2,16 g/cmc, impregnata cu solutia ignifuga conform revendicarii 1 si exemplelor 2 respectiv 5 de realizare a inventiei, prin procedeul de imersie la temperatura de 18 grd C timp de 30 minute, definita prin incombustibilitatea virtuala a materialului, datorata absentei unei pierderi vizibile din suprafata de 600 x 150 mm a epruvetei si a unei pierderi gravimetrice de numai 0,63% pe durata expunerii la foc timp de 10 minute.**
- 4. Cresterea eficacitatii ignifugarii pentru un material textil confectionat din bumbac 100%, avand o greutate specifica redusa de 0,46 g/cmc, tratata cu solutia ignifuga conform revendicarii 1 si exemplelor 1 respectiv 3 de realizare a inventiei, prin pulverizarea cu un singur strat de solutie, exprimata prin scaderea vitezei procesului de piroliza de 304 ori fata de acelasi material neignifugat, fara mentinerea unei flacari remanente dupa oprirea arzatorului de butan.**
- 5. Cresterea eficacitatii ignifugarii pentru un material textil confectionat din bumbac 100%, avand o greutate specifica de 0,46 g/cmc, tratata cu solutia ignifuga conform revendicarii 1 si exemplelor 1 respectiv 4 de realizare a inventiei, prin procedeul pulverizarii cu 2 straturi, la un interval de 24 ore, exprimata prin scaderea vitezei procesului de piroliza de 447 de ori fata de materialul neignifugat si de 1,47 ori fata de materialul ignifugat prin pulverizarea cu un singur strat, conform cu revendicarea 4, fara mentinerea unei flacari remanente dupa oprirea arzatorului de butan.**

6. Creșterea eficacității ignifugării pentru un material textil confecționat în proporție de 55% fire din bumbac și 45% fire poliesterice, având o greutate specifică de 0,37 g/cm², tratată cu soluția ignifugă conform revendicării 1 și exemplurilor 2 respectiv 8 de realizare a invenției, prin procedeul imersiei în soluție, la temperatura de 18 gr^o C, timp de 5 minute conform exemplului 8 de realizare a invenției, exprimată prin scăderea vitezei procesului de piroliză de 121 ori față de materialul neignifugat, fără desprinderea de picături topite în stare arzândă și fără propagarea sau menținerea unei flăcări remanente după oprirea arzătorului de butan.
7. Reducerea nivelului emisiei noxelor de oxizi de azot, prin utilizarea unui “catalizator denox” conform cu revendicarea 1, sub limita de 20 ppm NO₂ admisibilă în aerul respirat, măsurată cu tuburi colorimetrice prin procedeul “Dräger” de aspirare a unei fracțiuni din gazele de ardere, la nivelul canalului de evacuare a acestora, în zona de temperatură sub 40 gr^o C, în conformitate cu exemplele 2...8 de realizare a invenției;
8. Eliminarea practică a efectului de patare a materialelor textile, cauzat de prezența unor antipirene solide pe suprafața materialelor textile uscate, printr-un efect de dispersie a luminii prin nanoprisme de dioxid de siliciu cristalin, conform revendicării 1 și exemplurilor 1 – 8 de realizare a invenției.