

187054

10 FEB



187054

PATENTE DE INTRODUCCION

a favor de

JOSEPH BANCROFT & SONS CO. - de nacionalidad norteamericana - domiciliada en Rockford, Wilmington, Delaware, Estados Unidos,

por:

" procedimiento para reducir la inflamabilidad de materiales fibrosos y hacerlos resistentes a los mohos "

====:oOo:=====

Memoria Descriptiva

Esta patente se refiere a un procedimiento para suprimir o reducir la inflamabilidad de los materiales fibrosos, orgánicos, de celulosa, proteína o si-



milares, especialmente los materiales textiles, tales como telas para vestidos, lonas, nules, paños y otros análogos, conservando substancialmente la sensación original del tejido al tacto, sin sacrificar en forma apreciable su solidez. Este acabado, o tratamiento resulta muy duradero y resistente al agua, a repetidos lavados, enjabonamientos y limpiezas en seco, y si bien el material tratado llega a arder al serle aplicada una llama, el fuego se extingue al retirar la llama, sin que quede rescoldo. El procedimiento permite además comunicar resistencia al moño a los materiales fibrosos celulósicos o de otro carácter orgánico.

El procedimiento se basa en tratar el material con un ácido fuerte, como el ortofosfórico, y con una base orgánica soluble que contenga nitrógeno, por ejemplo, urea, como se describirá a continuación. Sabemos que el ácido ortofosfórico y varios fosfatos se han propuesto antes de ahora como substancias ignífugas para tejidos. También se ha sugerido hacer reaccionar ácido fosfórico y urea disolver el producto de la reacción, impregnar y secar. Según nuestra información, no se ha conseguido así ningún tratamiento comercialmente satisfactorio, por no ser resistente al agua, al jabón o a la limpieza en seco, por perjudicar el tacto o la resistencia, o por algún otro inconveniente.

El presente procedimiento para ignifugar material fibroso compuesto de substancias celulósicas y proteínicas y sus mezclas, y para comunicar resistencia al moño a materiales fibrosos celulósicos, se caracteriza por el hecho de someter el material a la acción de una solución acuosa de un ácido fuerte dotado de propiedades ignífugas o antirruginosas y una base orgánica soluble que contenga



187054

5 nitrógeno; secar el material, calentarlo a cierta temperatura y durante un rato suficiente para provocar combinaciones químicas con el material, introduciendo en él grupos ácidos y nitrogenados lo que produce una modificación o "curación" del material, y luego lavarlo y secarlo. En este procedimiento el ácido, o el ácido y la base, están presentes en la solución en proporción bastante para dar al tejido una resistencia substancial al enmohecimiento o a la llama, y el pH de la solución sirve para dar al material curado un pH comprendido entre -2- y -7-.

15 En la descripción que sigue se hará referencia específica a materiales celulósicos. Sin embargo, hemos comprobado que cuando se someten a las mismas condiciones químicas y físicas materiales proteínicos, tales como lana o seda, se les comunican propiedades ignífugas satisfactorias y duraderas sin detrimento del tacto y resistencia del tejido.

20 Mediante los tratamiento que se describen a continuación, se logra una combinación (esto es, un compuesto) con la celulosa en virtud de la cual el apresto o acabado se hace resistente al agua y a las repetidas lavaduras. Creemos que durante el tratamiento se produce una amplia esterificación de la celulosa, con la que se combina el ácido, así como con la base nitrogenada (o los productos que de ella se forman), para dar un complejo perfectamente estable al ulterior tratamiento con lejía, jabón, agua o limpieza en seco. Al parecer, al combinarse el ácido con la celulosa introduce consigo en el complejo grupos nitrogenados de la base o las combinaciones que de ésta se derivan durante el proceso.

25

30



187054

que se produce una combinación entre la celulo-
sa, el ácido fosfórico y la base, resulta evidente del he-
cho de que la tela dá un ensayo cuantitativo definido res-
pecto a nitrógeno y fósforo después del apresto o trata-
5 miento, completo, que comprende lavado y desecación, con-
secutivos a la curación. Las lavaduras posteriores elimi-
nan sólo cantidades insignificantes de estos elementos, de
modo que al cabo de repetidos lavados, pueden obtenerse en-
sayos cuantitativos satisfactorios relativos a nitrógeno
10 y fósforo, los cuales prueban que las propiedades ignífu-
gas permanentes obedecen a la presencia del nitrógeno y
el fósforo en el complejo. Tomando urea como ejemplo de
algunas de las bases aplicables, entre otras funciones,
parece actuar de compensador, evitando que el ácido fos-
15 fórico produzca en la tela un efecto molificante, y con-
servando así en gran parte la solidez primitiva de la te-
la. Lo mismo sucede con otras bases débiles análogas, si
están presentes en cantidad adecuada.

20 Cuando se someten al tratamiento telas de lana
o que contengan lana, se obtiene una combinación con esta
materia.

Según un método de operar, pueden mezclarse en
frío el ácido y la base, y añadir agua. La solución o
mezcla resultante se aplica al tejido por impregnación u
25 otro método convencional, y el tejido impregnado se dese-
ca luego, con preferencia en una "rama", y se cura, para
obtener la combinación antes mencionada con la celulosa,
vigilando la temperatura y el tiempo, como se dirá lue-
go, para que la combinación se efectúe y se mantenga en
30 lo esencial la solidez de la tela; ésta se lava por últi-
mo en agua caliente y se seca.

187054



De conformidad con otro método, se calienta la mezcla de ácido y base a unos 190° F, se enfría, se añade el agua, y se aplica la solución o mezcla como antes. De este modo suelen formarse amoníaco y combinaciones complejas de nitrógeno a expensas de la base, y la solución o mezcla se acerca más a la neutralidad cuando se aplica al tejido, lo que tiende a evitar todo ataque al equipo de trabajo. Puede recurrirse a elevar la temperatura y prolongar el lapso de calentamiento, a fin de obtener soluciones prácticamente neutras.

En algunos casos, el calor exterior no es necesario, pues las sustancias reaccionan espontáneamente en la solución, hasta el punto de que a veces hay que enfriar para regular la reacción. En otras ocasiones, puede calentarse la mezcla breve rato, si se originan reacciones exotérmicas que exijan enfriar la mezcla con objeto de regular el proceso. En casos tales, el calentamiento, como se verá luego, provoca cierta alteración del compuesto o los compuestos nitrogenados iniciales, dando origen a otros nuevos, generalmente más complejos. A menudo se libera amoníaco en estas reacciones.

Otro método consiste en licuar conjuntamente el ácido y la base, enfriar, añadir agua, y seguir luego como ya se ha indicado.

Aunque la solución suele aplicarse a las telas a la temperatura ordinaria, puede hacerse también a temperaturas algo mayores, si se desea, con lo que generalmente se obtiene una mayor solubilidad de los ingredientes. Esto es muy ventajoso, y en ocasiones la solución puede aplicarse casi hirviendo, siempre que no resulte perjuicio alguno, como se expondrá más adelante.

10 FEB.



187054

5 Durante la desecación, que se desarrolla como de ordinario, hay que eliminar casi toda el agua del material, y para ello hemos visto, simplemente a modo de ejemplo, que basta pasar la tela por una atmósfera desecante a 300°F. La tela permanece en la secadora unos 30 segundos, pero solo llega a 300°F durante algunos segundos.

10 La temperatura de curación debe regularse con cuidado. Tiene que ser bastante alta para curar, esto es, para dar ocasión a que se produzca la combinación química dentro de un límite práctico de tiempo, pero no tan elevada que se produzcan alteraciones inconvenientes de la celulosa, con la consiguiente mengua de la resistencia del tejido. El tiempo de curación guarda estrecha
15 relación con la temperatura, como se comprende fácilmente; cuanto más alta sea ésta, menos tiempo se necesita, y a la inversa.

Como se verá más adelante, tiene que haber suficiente ácido y urea (u otra base apropiada) en el material para garantizar la presencia, en el complejo del
20 tejido terminado (es decir, en el material curado después de lavarlo, por ejemplo, diez minutos en agua a 180°F, y de secarlo), de suficiente elemento básico del ácido y de nitrógeno para lograr los resultados apetecidos. Las cantidades presentes en el material y el tiempo y la temperatura guardan una relación importante.

A título de ejemplo, hemos observado lo siguiente: si se impregna una pieza de tela con una solución que
30 contiene 130 gr. de ácido ortofosfórico (75%), 180 gr. de urea y 340 gr. de agua (relación molecular de 1 ácido fosfórico a 3 urea, y 15% de ácido fosfórico en la solución),

187054

- 7 -

1 OFE



se exprime como de costumbre (lo que dá aproximadamente 100% de solución escurrida en peso) y se seca; sucede lo siguiente: a) sí se cura a 250°F durante 120 minutos, la tela resiste bien la llama después de lavarla 10 a 20 minutos en agua a 180°F, pero sólo la resiste mediatamente si se enjabona durante 15 minutos en Igepon T al 1/4% a 180°F, 100 partes de solución de Igepon T por 1 parte de tela en peso; b) sí se cura a 260°F durante 120 minutos, la resistencia a la llama es excelente después de lavarla con agua, y sigue siendo buena después de tal jabonadura; c) sí se cura a 270°F durante 120 minutos, las propiedades ignífugas son muy buenas después de lavarla y enjabonarla según se ha expuesto; d) sí se cura a 270°F durante 60 minutos, la resistencia a la llama es excelente después de ambas operaciones; e) cuando se cura a 280°F durante treinta minutos, la resistencia a la llama es excelente después de ambas operaciones; f) curada a 340°F durante diez minutos, la resistencia a la llama es excelente después de lavarla o de enjabonarla; g) curada a 400°F durante un minuto, la resistencia a la llama es excelente después de tal lavado, y buena después de la mencionada jabonadura.

Si se reduce entonces el ácido de la solución, por ejemplo, a 6,9%, con la misma extracción de líquido de la tela, no se obtienen resultados curando el material a 250°F aún al cabo de 130 minutos, mientras que si la tela se cura a 340°F cinco minutos, los resultados son buenos a pesar de lavarla y jabonarla.

Dentro del margen de temperaturas de curación mencionadas, hemos comprobado que se consiguen los mejores resultados para la mayoría de los rines comerciales

187054

10F



en la zona comprendida entre 320°F y 360°F. Los tiempos de apresto o cura variarán a estas temperaturas entre quince y tres minutos.

5 La reacción en la celulosa se produce efectivamente por el lado del ácido (pH más bajo) más que por el lado de la base (pH más alto), determinándose en este caso el pH por medio de soluciones de indicadores en el tejido curado. Hemos observado que entre valores de pH de 2 a 7 en la tela aprestada (antes de lavarla) 10 pueden obtenerse resultados satisfactorios. El margen preferido de pH en la tela es de 3 a 6. La permanencia del apresto variará algo, pero, según se indica, un pH de 3 a 6 da resultados satisfactorios en general.

15 El pH de la solución antes de aplicarla no es importante, por lo demás, pues usualmente se puede ajustar, en caso necesario, añadiendo bases que se volatilicen durante el apresto, dejando el pH de la celulosa de tal valor ácido que las reacciones del proceso se desarrollen mientras el tejido se apresta, como se ha 20 descrito. Entre las bases volátiles apropiadas para ajustar el pH de la solución pueden mencionarse el hidróxido de amonio, la dietilamina y la isopropilamina. Para todos los fines prácticos es satisfactorio el hidróxido amónico. En todo caso, la cantidad de base agregada para ajustar el pH de la solución es muy pequeña, 25 pues la propia solución suele tener un valor pH apropiado. Desde luego, si el pH es excesivamente alto, puede añadirse ácido ignífugo para ajustar el pH de la solución; por lo general basta, en cuanto al pH de la solución que 30 durante el apresto se reduzca en el tejido a los valores antes indicados. Habitualmente resulta adecuado para la

10 FEB



187054

solución un pH aproximadamente 1/2 unidad más alto que el de la tela ya curada. Sería posible aumentarlo, siempre que se reduzca durante la curación, de manera que el pH de la tela sea el ya mencionado.

5

El valor en pH del tejido durante la curación, determina hasta cierto punto el ritmo y grado de la reacción entre el ácido y la celulosa. Cuando menor sea el pH, más rápida y completa es la reacción, y al contrario, para un tiempo y una temperatura de curación determinados. Asimismo, a un pH determinado es posible aumentar la integridad o extensión de la reacción, el tiempo o la temperatura de curación, o ambos factores. Por ejemplo, con un pH de 3,5 puede hacer falta un tiempo de cura de cuatro minutos y una temperatura de 330°F para conseguir un determinado grado de permanencia, mientras que con un pH de 5,5 será tal vez necesario un lapso de curación de ocho minutos a 330°F para obtener el mismo grado de permanencia.

10

15

20

En las telas, además de la impregnación descrita, la solución puede aplicarse por cualquiera de los métodos conocidos en la industria textil, tales como pulverización, jigger, estampación, baño, etc. Sea cual fuera el método de aplicación empleado, la tela se seca según queda dicho, para eliminar toda el agua posible.

25

La concentración de la misma solución no es crítica, y depende del número de aplicaciones, pero la última absorción por parte del tejido es importante. Por ejemplo, si la solución ha de aplicarse pasando por ella la tela una sola vez, bastará una solución de 30 a 70% de sólidos activos, según el peso, la absorbencia y la pureza de la tela, el escurrido después de impregnar, etc.

30



187054

5 Exprimiendo casi totalmente la solución, se tendrá en el tejido acabado una absorción final (captación química por combinación de 8 a 30% de materia sólida, aproximadamente, que, según hemos visto, dá siempre resultados satisfactorios en general. Una absorción inferior bastará si se quiere dar a la tela sólo una mediana resistencia a la llama; pasar de 30% no ofrece ventaja práctica. La absorción total baja hasta estas cifras porque hay alguna pérdida durante la curación, y después

10 al lavar (por eliminarse las sustancias químicas solubles en exceso). Si se quiere efectuar varias impregnaciones y desecaciones separadas, puede emplearse una solución diluida, dependiendo el número de pases del grado de dilución. Por ejemplo, con una solución de 20

15 a 30% de sustancia sólida, pueden obtenerse los resultados perseguidos en dos pases, o tres a lo sumo, por regla general. La absorción total de elemento básico del ácido y del nitrógeno en el material acabado (esto es, aprestado, lavado y seco) es importante, como se verá a continuación.

20

En cuanto a los ácidos, el ortofosfórico, H_3PO_4 , suele ser muy satisfactorio. Sin embargo, puede emplearse cualquier ácido fuerte que no comunique inflamabilidad a la tela, como, por ejemplo, el pirofosfórico, el ortofosforoso, el pirofosforoso, el sulfúrico y los ácidos fitínicos, a reserva de lo que más adelante se indica.

25

Los ácidos demasiado volátiles en las condiciones del proceso, o los que originen condiciones o produzcan sustancias químicas de acción excesivamente degradante sobre la celulosa, como el oxígeno o los ha-

30



187054

lógenos activos, no son recomendables. Así, el ácido clorhídrico no es útil, y el nítrico tampoco se aconseja, aunque este último puede utilizarse en unión de otros ácidos, como el ortofosfórico, según se expondrá más lejos.

5

Los ácidos monobásicos son los que dan resultados menos satisfactorios, y los dibásicos, aunque mejores, no son tan convenientes como los polibásicos, según se verá luego. Los llamados poliácidos con átomos en exceso del elemento acidógeno son satisfactorios, especialmente si tienen carácter polibásico. Se conocen muchos de estos ácidos, especialmente del tipo fosforoso.

10

Pueden emplearse sales de los ácidos, siempre que la base integrante de la sal sea volátil durante las condiciones del proceso, o tome parte activa en el mismo. Entre los primeros podemos mencionar el fosfato de amonio, el fosfato de dimetilamina y el de isopropilamina; entre los segundos, los fosfatos de guanidina, de guanilurea y de urea.

15

Son utilizables productos de sustitución de los ácidos, siempre que los grupos sustitutos no destruyan las propiedades ignífugas. Son ejemplos los ácidos sulfámico, fosfámico, diamidofosfórico y dinitrurofosfórico; pueden emplearse otros ácidos complejos que contengan nitrógeno y fósforo, siempre que sean bastante fuertes para combinarse con las fibras de referencia; pero la mayoría de estos ácidos no se encuentran en el comercio. Los llamados ésteres orgánicos sirven para el caso si no contienen demasiado carbono ni impiden que el grupo ácido forme la combinación requerida con la celulosa. Por ejemplo, es útil el ácido monometilfosfórico.

20

25

30

10 FEB



187054

No se recomiendan los ácidos halogeno-sustituídos, salvo el fluorofosfórico, por la inestabilidad de los grupos halógenos en solución y en el tejido.

5 En cuanto a las bases orgánicas, que son de desear siempre en exceso, pueden ser débiles o fuertes. Sin embargo, al comparar el ácido utilizado en el proceso con las bases nitrogenadas, todas las últimas tienen un carácter decididamente básico, y la distinción entre débiles y fuertes se basa en su comportamiento en la solución y en la curación. Por ejemplo, si un cambio substancial de concentración de la base no origina otro cambio apreciable en el pH de la solución o de la tela curada, la base se clasifica como débil; pero si con el mismo cambio se altera francamente el pH, se tendrá por fuerte 10 la base. Por ejemplo, puede añadirse urea a una solución terminada sin alterar apreciablemente el pH; en cambio, si se agrega guanidina en exceso a una solución terminada, aumentará sensiblemente el pH, y con cantidad suficiente es posible que resulte tan básica que los resultados sean poco satisfactorios. En otros términos, con las bases fuertes cualquier exceso ha de ser tal que no desvíe definitivamente el tejido curado (antes de lavar) hacia el lado básico.

25 Como bases débiles pueden usarse, por ejemplo, urea, biuret, cianacetamida, semicarbácida, diciandiamida, acetamida, formamida y melamina. En algunos casos, cuando la solubilidad de la base débil no sea grande ni siquiera en caliente, no conviene emplearla sola, pero sí unida a otra u otras bases. Por ejemplo, la melamina no es bastante soluble en ácido fosfórico para producir una 30 buena solución de trabajo; pero puede servir, unida a la

187054

10 FE



urea, para obtener una solución satisfactoria.

En parte pueden emplearse sales de estas bases con un ácido ignífugo, por ejemplo, los sulfatos, fosfatos y sulfamatos, en cuyos casos el ácido introducido por la base reemplaza una cantidad correspondiente del ácido de la fórmula de la solución.

Es posible usar productos de sustitución de las bases débiles, como los que contengan los grupos amino, oxhidrilo, halógeno u orgánico, siempre que no se destruyan las características esenciales de los compuestos en que reside su utilidad en el proceso. Por ejemplo, los grupos amino y oxhidrilo pueden aumentar el carácter básico de la base a tal punto que una base débil se haga fuerte y deba emplearse en consecuencia. La urea es una base débil, pero la imino-urea (guanidina) es base fuerte. Los halógenos tienden a crear un complejo con halógeno en su constitución, y esto no conviene mucho, por la inestabilidad de los compuestos halogenados. Los grupos orgánicos que contengan carbono pueden introducirse, pero tienden a reducir la resistencia del tejido a la llama. Un compuesto como la metil-urea puede reemplazar a la urea, pero sin gran ventaja.

Es posible emplear bases fuertes, pero como propenden a desviar la solución en sentido alcalino si están presentes en sensible exceso, deben aplicarse en unión de una o más bases débiles. Además, las bases débiles ejercen una acción compensadora o de tampon respecto al ácido y a la celulosa, que no es tan perceptible con las bases fuertes; y como conviene una acción compensadora decidida para poder regular la reacción y evitar un ablandamiento impropio, también por esta causa convie-



ne usar las bases fuertes unidas siempre a una base débil. Al parecer, lo que ocurre es que la combinación de la base débil con el ácido se sustituye durante el curado, proporcionando así una compensación o control de la reacción. La cantidad de base fuerte debe ser in-
5 suficiente para satisfacer toda la acidez del ácido durante la curación. El uso de bases fuertes en unión de otras débiles dá mayor resistencia a la tela terminada. La mezcla de bases débiles con una base fuerte que con-
10 tenga mucho nitrógeno, además de permitir graduar el pH y proporcionar una acción compensadora, suministra bastante nitrógeno, como se explicará luego, para que penetre en el complejo fósforo-nitrógeno-celulosa, prolongando la permanencia o duración. Entre las bases fuertes
15 susceptibles de utilizarse mencionaremos aquí la guanidina, la carbohidracidina, la dihidroxiguanidina, la guanilurea, la oxalamidina y la biguanidina.

Cabe emplear compuestos de sustitución de las bases fuertes, siempre que sean bien solubles en la solución y razonablemente estables después de aplicados al
20 tejido. Tales compuestos de sustitución son los productos con grupos amino, oxhidrilo, halógeno o radical orgánico; los de este último tipo no deben contener grupos con exceso de cadenas de carbono, pues esto disminuye la resistencia a la llama.
25

También son de aplicación sales de las bases fuertes con ácidos volátiles, descomponibles o débiles, como, por ejemplo, carbonato de guanidina, acetato de aminoguanidina y borato de biguanidina. El carbonato de
30 guanidina es particularmente útil, y se ha utilizado mucho para producción en gran escala.

10 FEB

187054



Son útiles asimismo sales de la base fuerte y del ácido ignífugo, como el fosfato de guanidina, el fosfato de guanilurena y el pirofosfato de carbohidradina. En estos casos, la parte ácida de la sal reemplaza parte del ácido en la fórmula de la solución.

5

Los requisitos generales de la base, débil, fuerte o mixta, son: que sea soluble en agua, reaccione con el ácido para introducir así nitrógeno en el complejo fósforo-celulosa, tenga con preferencia más nitrógeno que carbono, y, si se emplean una o varias bases fuertes, haya también una base débil, generalmente en exceso, para facilitar el control de la reacción provocando la compensación apropiada entre el ácido y la celulosa. Las bases débiles originan compensación por el hecho de competir aparentemente con la celulosa respecto al ácido. El motivo de aplicar una base de mucho nitrógeno y poco carbono es que con más carbono se reduce la inflamabilidad. Por eso no convienen ureas sustituidas ni otros compuestos nitrogenados con cantidades relativamente grandes de carbono, cuando interese obtener resultados óptimos.

10

15

20

En general, nuestro propósito es introducir tanto nitrógeno y tan poco carbono como sea posible en el complejo ácido-celulosa. Este nitrógeno debe estar combinado lo más firmemente posible, y no eliminarse apreciablemente al someter el tejido a lixiviación y jabonadura. No importa que este exceso de nitrógeno se introduzca con una base fuerte o una débil, pero se ha comprobado que es casi imposible obtener una combinación compleja nitrogenada de base débil que tenga una gran solubilidad. Para lograr solubilidad suficiente conviene

25

30

10FE

187054



trabajar con compuestos de nitrógeno de bajo peso molecular, tales como urea, acetamida o formamida.

5 En el caso de utilizar bases fuertes, que nunca deben emplearse en exceso, como se ha descrito, el grado de solubilidad no es tan importante, pues no se emplean en cantidad relativamente grande, y solo se dispone de un corto número de combinaciones con mucho nitrógeno y poco carbono.

10 El análisis ha demostrado que con una base fuerte rica en nitrógeno se introduce mayor cantidad de éste en el complejo. Por ejemplo, empleando urea y ácido fosfórico, la relación atómica entre nitrógeno y fósforo en el tejido terminado puede ser de 1:1, mientras que
15 con una mezcla de urea, guanidina y ácido fosfórico la relación es de 3 nitrógeno por 1 fósforo, lo que muestra un aumento apreciable de nitrógeno por efecto de la guanidina. Mientras se calienta la solución o se cura la tela se producen muchos cambios en las bases nitrogenadas, y, en general, el complejo resultante contiene una mezcla
20 de compuestos de nitrógeno. Por consiguiente, no es posible dar la composición exacta del complejo formado. Por ejemplo, la dicianidamida con fosfato monoamónico o diamónico produce una cantidad substancial de fosfato de guanidina al calentar; la dicianidamida con ácido fosfórico
25 forma bastante fosfato de guanilurea, y calentando juntas dicianidamida y guanidina puede obtenerse cianamida, biguanidina y melamina.

30 Esta formación de las combinaciones nitrogenadas más complejas contribuye a lograr una buena resistencia a la inflamación, y aumenta asimismo la permanencia al agua, pues los compuestos así obtenidos tienden a au-



mentar la estabilidad del complejo.

5 En lo que se refiere a la solución, debe ser con preferencia clara, para que penetre mejor y su acción sobre el material que se ignifuga resulte más uniforme. En el caso del ácido fosfórico, su cantidad debe ser tal que quede mejor 1,2 a 4,75% de fósforo en la tela ignifugada después de la lavadura y desecación finales. Por debajo de esta proporción se obtienen propiedades ignífugas generalmente mediocres, y por encima de
10 ella es poca la ventaja.

Hablando nuevamente de la absorción final, y empleando como ejemplo ácido fosfórico, la proporción de fósforo necesaria para hacer ignífugo un tejido determinado depende también de la cantidad de nitrógeno presente. Por ejemplo, si el contenido en nitrógeno en la tela terminada es de 2%, el fósforo necesario para conseguir una resistencia efectiva a la llama viene a ser de 2,85%; en tanto que si hay 3% de nitrógeno puede bajar la proporción de fósforo a 2,20% con propiedades ignífugas todavía satisfactorias. Si el contenido en nitrógeno baja a una cifra muy pequeña, por ejemplo, a una corta fracción de 1%, la resistencia a la llama será escasa, aunque haya una gran proporción de fósforo. El margen preferible de contenido en nitrógeno oscila entre 5% y
20 6% aproximadamente, y los mejores límites de fósforo son del 1 al 5% aproximadamente. Debe haber bastante ácido y base en el tejido durante la curación, para garantizar esta absorción química final. Por debajo de 0,25% de nitrógeno, la influencia del elemento se hace insignificante, y por encima de 6% de nitrógeno, aunque se consigue
30 una excelente resistencia a la llama, no parece ganarse



187054

nada notable. Por debajo de 0,1% de fósforo haría falta una cantidad demasiado grande de nitrógeno. Las proporciones mencionadas se midieron después de aplicar la solución, curar la tela y lavarla luego bien en agua muy caliente o hirviendo. Son las proporciones en este producto terminado las que interesan; durante la curación se originan pérdidas definidas y mensurables. Desde luego ha de entenderse que si se introducen más ingredientes ignífugos puede variar en consecuencia la relación de nitrógeno y fósforo requerida para obtener un producto final satisfactorio. Por ejemplo, introduciendo un halógeno como el cloro formando parte del complejo ignífugo, los demás ingredientes pueden reducirse. Pero, como ya se ha indicado, no es muy conveniente introducir un halógeno, por la inestabilidad al sol, al calor y a la humedad, que desarrolla ácidos halógenos. La resistencia a seguir ardiendo, sin embargo, puede obtenerse hasta con 0,1% de fósforo.

Como la lana y la seda contienen nitrógeno, azufre y fósforo en su composición química natural, las cifras que anteceden deberán entenderse como adicionales a estos elementos espontáneos.

El material celulósico tratado por este método, además de sus características ignífugas, es muy resistente al moho, lo que agrega una propiedad valiosa al producto terminado. Esto no sucede con tejidos proteínicos.

Los materiales de celulosa sometidos al proceso pueden hincharse sumergiéndolos en agua durante un rato. En ciertos casos esta propiedad es muy de apreciar, pero, si no se desea, puede compensarse empleando

187054

1 OFE



5 un aldehido, y la característica del abultamiento puede también reducirse alterando el carácter hidrófobo del producto terminado, mediante un tratamiento complementario con aldehido o impermeabilizantes. No conviene

10 Este procedimiento puede aplicarse a materiales fibrosos sometidos previamente a otras manipulaciones, como, por ejemplo, blanqueo, mercerización, vitelización, tinte, estampación y apresto, siempre que los respectivos tratamientos no influyan en la resistencia a la llama. También es posible engomar, impermeabilizar, revestir y

15 terminar mecánicamente las telas después de aplicar la sustancia ignífuga, siempre que al hacerlo no se destruya la resistencia a la llama. Tales procedimientos complementarios no forman parte del presente invento.

Como no se necesita usar material resinoso, plástico, plastificante o solubilizante para obtener este acabado, se consigue una excelente permanencia a las

20 soluciones de limpieza en seco.

En todos los ejemplos expuestos a continuación, los tejidos terminados se consideran con resistencia permanente a la llama muy satisfactoria, si después de someter muestras del tejido así tratado a las siguientes series de ensayos, al mantenerlas verticalmente en una llama durante diez segundos, no continúan ardiendo:

25

- a) Después de 24 horas de lixiviación en agua destilada.
- b) Después de hervirlas media hora en agua destilada.
- 30 c) Después de jabonarlas 15 minutos en una solución de Igepon T a 180°F, 100-1, y enjua-

187054

110F



garlas luego dos veces en agua muy caliente.

d) Después de una hora de tratamiento con una solución de disolvente Stoddard para limpiar en seco.

5

e) Después de extracción durante una hora en aparato Soxhlet con éter diclorodietílico.

Ha de tenerse entendido que se necesita una muestra separada de tela para cada uno de los ensayos precedentes.

10

EJEMPLO 1º.

Se impregnó una tela con una mezcla acuosa que contenía 49,6% de urea y 18,4% de ácido ortofosfórico (100%) en peso, o en proporción de 2,7 partes de urea por 1 de ácido fosfórico, y el tejido (cutí o dril) se secó en caballete a 300ºF durante unos 30 segundos, como se describe, curándolo luego a estufa a la temperatura de 345ºF durante dos minutos. El producto terminado presentaba las características ya expuestas. Prolongar apreciablemente el curado, aunque aumentaría la duración, reduciría la resistencia a la tracción.

15

20

EJEMPLO 2º.

La misma mezcla se aplicó a la tela, que se secó según queda descrito y se curó luego a 300ºF durante quince minutos. Como la temperatura de curado fue más baja, se requirió más tiempo para practicarlo y duplicar los resultados, obteniéndose el acabado apetecido. Por duplicar resultados se entiende obtener un acabado que resista las mismas pruebas. Esto tiene aplicación con todas las bases utilizables, débiles o fuertes.

25

30

EJEMPLO 3º.

Se impregnó el tejido con la misma mezcla, se

187054



secó, y a continuación se curó a 280°F durante 23 minutos, con lo que el lapso necesario para curar y duplicar resultados se prolongó también al bajar la temperatura, obteniéndose el acabado que se pretendía.

5 La temperatura de curación de 280°F del ejemplo anterior se acerca mucho al límite mínimo posible de temperatura para una elaboración comercial aceptada dentro de lapsos razonables. Al sacrificar tiempo hasta unos 10 45 minutos o algo más, la temperatura puede descender algo por debajo de 280°F. Pero, como ya se ha indicado, pueden emplearse temperaturas más bajas prolongando el lapso de apresto. Con 250°F y un lapso de 120 minutos, pueden obtenerse buenos resultados empleando una concentración conveniente. Una temperatura aproximada de 250°F 15 parece ser el límite inferior práctico con aparatos corrientes. Esto se aplica a todas las bases utilizables en el proceso.

20 Salvo lo indicado antes, la relación entre bases débiles tales como la urea y el ácido fosfórico no es rigurosa, como se verá por los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 4º.

25 Se impregnó el tejido con una mezcla acuosa que contenía 66,4% de urea y 16,6% de ácido ortofosfórico (100%), o en la relación de 4 partes de urea por 1 de ácido fosfórico; luego se secó a 300°F durante unos 30 segundos, según se ha descrito, y se curó a 300°F durante 20 minutos. Comparando este ejemplo con el 2º, se observará que el mayor contenido de urea, a una temperatura 30 de curación de 300°F, requiere un tiempo más largo para curar y duplicar resultados.

187054

10 FE



El producto terminado resultante presentaba las características antes descritas.

EJEMPLO 5º.

5 Se impregnó la tela con una mezcla acuosa que contenía 20% de urea y 20% de ácido ortofosfórico (100%) en peso, o en la relación de 1 parte de urea por 1 parte de ácido fosfórico; se secó conforme queda descrito y se curó a 300ºF, consumiéndose un lapso de 12 minutos. Comparando este ejemplo con el 2º, se observará que con menor proporción de urea, y manteniendo la concentración del ácido fosfórico aproximadamente igual, el tiempo de curación se reduce al duplicar resultados.

10 El producto final obtenido tenía las características antes descritas.

15

- - - - -

De lo que antecede se desprende que conforme baja la temperatura de curación aumenta el tiempo destinado a ella. También se observa que al aumentar la proporción y, en consecuencia, la influencia protectora de la urea, se hace mayor el lapso de curación, sin perjuicio para la resistencia. Cuanto menor es la proporción de urea respecto al ácido fosfórico y menor también la influencia protectora de aquélla, debe ser más breve el tiempo de curación.

25

Desde un punto de vista práctico, una relación de 4 a 1 en peso entre la urea y el ácido fosfórico viene a ser la máxima posible sin un desperdicio inadmisibles de urea. Se puede aumentar, por ejemplo, hasta 10 a 1, pero entonces la pérdida se hace prohibitiva. Naturalmente, ha de entenderse que en todos los ejemplos presentados la tela se lava después de curada, eliminando to-

30



da la urea innecesaria y dejando sólo en el tejido la que entra en la combinación. Preferimos emplear 2,7 partes de urea por 1 parte de ácido fosfórico (4 mols por 1), pero puede aumentar o disminuir algo, conforme se ha indicado.

Esto se refiere a todas las bases débiles utilizables. Con las fuertes, como ya se ha dicho, hay que cuidar de que la solución no se haga definitivamente básica.

El grado de permanencia del cabado ignífugo depende, entre otros factores, de la concentración del ácido fosfórico en la solución. Como muestran los siguientes ejemplos, esta concentración puede variarse dentro de amplios límites, según la permanencia que convenga, siempre que haya suficiente urea u otras bases débiles para proporcionar la necesaria protección y que exista una cantidad suficiente de grupos ácidos y nitrógeno en el complejo, como antes se indica. Esto se aplica asimismo a otros ácidos utilizables en el proceso.

EJEMPLO 62.

Se impregnó la tela con una mezcla acuosa que contenía 30% de urea y 30% de ácido ortofosfórico (100%) en peso, o una relación de 1 parte de urea por 1 de ácido fosfórico; se secó según queda descrito, y se curó a 300°F durante 12 minutos.

EJEMPLO 72.

Se impregnó la tela con una mezcla acuosa que contenía 25% de urea y 9,3% de ácido ortofosfórico (100%) en peso, o una relación de 2,7 partes de urea por 1 de ácido fosfórico, secándolo como se ha dicho y curándolo a

187054

- 24 -



345°F durante dos minutos.

5 En los dos ejemplos 6º y 7º se obtuvo un acabado ignífugo duradero satisfactorio, pero las propiedades ignífugas permanentes del tejido obtenido en el ejemplo 6º eran algo superiores a las del ejemplo 7º.

EJEMPLO 8º.

10 se aplicó una mezcla que contenía 49,6% de urea y 18,4% de ácido ortofosfórico (100%) en peso a un tejido de algodón, que se desecó luego en una rama. La tela seca se curó durante un minuto a 400°F, se lavó por último en agua, y se volvió a secar.

El acabado resultante presentaba las características antes descritas.

EJEMPLO 9º.

15 Se mezclaron 100 partes de urea y 50 partes de ácido ortofosfórico (75%) en peso, calentando todo rápidamente hasta 375°F. La mezcla resultante se enfrió, añadiendo 75 partes de agua, y luego 7 partes de hidróxido amónico (28%) y 10 partes de formaldehído (37%).
20 En este y los siguientes ejemplos, todas las partes se entienden en peso.

25 La solución resultante era clara como agua, y se impregnó con ella una tela de algodón (cutí o drill), haciéndola pasar por un mangle; la operación consistió en sumergir el tejido en la solución y exprimirlo para eliminar el exceso de solución. Luego se secó en una rama usual, a una temperatura aproximada de 300°F. Se dejó la tela en la rama lo suficiente para desalojar prácticamente toda el agua por evaporación.

30 Una parte del tejido de algodón se curó a una temperatura de 345°F durante dos minutos y diez segundos,

187054⁷⁰



lavándola luego en agua muy caliente y secándolo.

Otra parte de la misma tela se curó a 300°F durante trece minutos, y luego se lavó en agua caliente y se secó de igual modo.

5 Las dos muestras resultaron sensiblemente iguales en resistencia a la inflamación, y los respectivos acabados acusaron en lo esencial la misma permanencia.

10 Este ejemplo indica también un modo de ajustar exteriormente el pH de la solución, a saber, empleando hidróxido amónico. Igualmente muestra como puede comunicarse resistencia a la hinchazón o persistencia en agua, mediante el uso de un aldehído.

EJEMPLO 10.

15 Se aplicó del modo antes indicado una mezcla de 100 partes de dicianidamida, 200 partes de ácido fosfórico (75%), 100 partes de agua, 15 partes de hidróxido amónico (28%) y 25 partes de formaldehído (37%). La curación se hizo a 330°F durante cinco minutos, y se consiguieron los resultados apetecidos.

20 Este ejemplo muestra el uso de otra base débil, el ajuste exterior del pH y el uso de un aldehído para aumentar la resistencia a la hinchazón.

25 Otro ejemplo más del mismo género es el siguiente:

EJEMPLO 11.

30 Con el procedimiento antes descrito se aplicó una mezcla de 200 partes de biuret, 100 partes de ácido fosfórico (75%), 150 partes de agua, 25 partes de hidróxido amónico (28%) y 25 partes de formaldehído (37%), curando luego a 340°F durante cinco minutos.

Se obtuvieron los resultados pretendidos.

187054



Como ejemplo del empleo de un anhídrido, se llama la atención hacia el siguiente:

EJEMPLO 12.

5 Se utilizó según el procedimiento descrito una mezcla de 300 partes de urea, 100 partes de pentóxido de fósforo, P_2O_5 , 200 partes de agua, 100 partes de hidróxido amónico (25%) y 50 partes de formaldehído (27%), curando luego a 310°F durante 12 minutos.

10 Se obtuvieron los resultados perseguidos.

Como ejemplos del uso de ácidos distintos del ortofosfórico se ofrecen los siguientes:

EJEMPLO 13.

15 Por el procedimiento regular se aplicó una mezcla de 180 partes de urea, 60 partes de ácido sulfúrico concentrado, 50 partes de agua, 15 partes de hidróxido amónico (25%) y 50 partes de formaldehído (37%), curando después a 340°F durante seis minutos.

20 Se obtuvieron los resultados apetecidos.

EJEMPLO 14.

25 Se impregnó una tela de algodón en una mezcla de 100 partes de ácido ortofosforoso, 100 partes de urea, 100 partes de acetamida y 100 partes de agua, secándola, curándola durante 20 minutos a 290°F, y lavando y secando después. (Aquí se muestra también el empleo de una mezcla de bases débiles).

Los resultados obtenidos fueron según se esperaba.

30 EJEMPLO 15.

Se preparó una mezcla de 100 partes de ácido

187054



metafosfórico, 200 partes de urea y 100 partes de agua, aplicándolo igual que en el ejemplo anterior. La cura se hizo a 340°F, durante cuatro minutos.

Se obtuvieron los resultados apetecidos.

5

EJEMPLO 16.

Una mezcla de 300 partes de ácido sulfúrico concentrado y 900 partes de urea se calentó durante tres horas a 180°F y se dejó reposar 24 horas. Luego se añadió suficiente agua caliente para obtener una solución clara, que se aplicó a una tela de algodón según el método regular.

10

Se obtuvo un tejido muy resistente a la llama.

EJEMPLO 17.

15

Se preparó una solución calentando 180 partes de fitinato cálcico, 120 partes de ácido oxálico, 250 partes de urea y 250 partes de formamida, añadiendo luego 500 partes de agua. El precipitado, que contenía sobre todo oxalato cálcico, se separó por filtración, y el filtrado, en que principalmente había ácido fitínico, urea y formamida, se aplicó a un tejido de algodón impregnándolo, para secarlo luego. La cura se efectuó a 310°F durante ocho minutos, y después se lavó en agua y se secó.

20

25

El tejido resultó bastante resistente a la llama.

El empleo de ácidos mezclados se expone en los siguientes ejemplos:

30

EJEMPLO 18.

Se aplicó por el procedimiento regular una

187054

10 FEB 1949



5 solución compuesta de 200 partes de urea, 50 partes de ácido ortofosfórico (75%), 50 partes de ácido sulfúrico concentrado, 100 partes de agua, 15 partes de hidróxido amónico (28%) y 50 partes de formaldehído (37%). La cura se hizo a 340°F durante cinco minutos, obteniéndose los resultados perseguidos.

EJEMPLO 19.

10 Se preparó una mezcla de 100 partes de ácido ortofosfórico (75%), 55 partes de ácido nítrico concentrado, 200 partes de urea y 100 partes de agua; el método de aplicación a un tejido de lana fué el antes descrito, y la cura se efectuó a 290°F durante 20 minutos.

Se obtuvieron los resultados pretendidos.

EJEMPLO 20.

15 Se preparó una mezcla compuesta de 50 partes de ácido pirofosfórico, 50 partes de ácido metafosfórico, 200 partes de acetamida y 150 partes de agua, siendo el método de aplicación como se ha descrito, y el apresto de cinco minutos a 330°F.

20 Se obtuvieron los resultados que se deseaban.

- - - - -

Otros ejemplos de bases débiles mezcladas son los siguientes:

EJEMPLO 21.

25 Se empleó conforme al procedimiento regular una solución de 75,0 partes de dicianidamida, 75,0 partes de acetamina, 100 partes de ácido pirofosfórico y 200 partes de agua. La cura se hizo durante cinco minutos a 320°F.

30 Se obtuvieron los resultados pretendidos.

EJEMPLO 22.

187054

10 FEB



5 Se preparó una mezcla de 132 partes de urea, 8 partes de melamina, 66 partes de fosfato diamónico y 150 partes de agua, y se aplicó del modo habitual a un tejido de algodón, que se curó luego a 335°F durante tres minutos, obteniéndose los resultados esperados.

EJEMPLO 23.

10 Se preparó una mezcla compuesta de 35 partes de urea, 100 partes de dianacetamida, 50 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 165 partes de agua, y se aplicó a una tela de algodón con buenos resultados, curándola a 315°F durante cinco minutos.

Una repetición sin la cianacetamida dió lugar a un excesivo ablandamiento.

- - - - -

15 A título de ejemplo del uso de sales de la base, llamamos la atención sobre los siguientes:

EJEMPLO 24.

20 Se preparó una mezcla de 160 partes de bicarbonato de aminoguanidina, 300 partes de urea, 150 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 500 partes de agua. Se aplicó el procedimiento como de costumbre, curando el tejido a 350°F durante cuatro minutos.

Los resultados obtenidos fueron satisfactorios.

EJEMPLO 25.

25 Se preparó una mezcla de 61 partes de clorhidrato de semicarbáida, 45 partes de carbonato de guanidina, 45 partes de cianacetamida, 35 partes de urea, 50 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 60 partes de agua, aplicándola por el procedimiento ordinario y curando la tela cuatro minutos a 335°F.

30 Se obtuvieron los resultados apetecidos.

187054

- 30 -

10FE



Los siguientes son ejemplos suplementarios del uso de las bases mezcladas, en los que se emplea una base fuerte para la máxima retención de solidez y una o varias bases débiles para compensación y control de la reacción.

EJEMPLO 26.

Conforme al procedimiento regular se aplicó una solución compuesta de 100 partes de urea, 100 partes de carbonato de aminoguanidina, 100 partes de ácido ortofosfórico (75%), 100 partes de agua, 15 partes de hidróxido amónico (28%) y 50 partes de formaldehído (37%). La cura se hizo a 340°F durante cinco minutos, y se obtuvieron los resultados esperados.

EJEMPLO 27.

Se preparó una mezcla de 50 partes de diciclamida, 113 partes de urea, 10,5 partes de carbonato de guanidina, 75 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 158 partes de agua; y se aplicó a una tela de algodón que se curó a 340°F durante diez minutos, obteniéndose un producto final de persistente resistencia a la llama.

EJEMPLO 28.

Se preparó una mezcla de 57 partes de ácido polipirofosfórico, 65 partes de carbonato de guanidina, 132 partes de urea y 255 partes de agua, y se aplicó por el procedimiento usual, curando el tejido a 330°F durante cinco minutos. Se obtuvo un tejido de algodón con excelente resistencia a la llama y duración.

EJEMPLO 29.

Se preparó una mezcla compuesta de 40 partes de sulfato de guanilurea, 81 partes de urea, 53 partes de

187054

- 31 -



ácido ortofosfórico (75%) y 90 partes de agua, y se aplicó a un algodón del modo acostumbrado, curando la tela a 320°F durante cinco minutos.

5 Se obtuvo así una resistencia muy buena a la llama.

EJEMPLO 30.

10 Se preparó una mezcla compuesta de 300 partes de urea, 160 partes de bicarbonato de aminoguanidina, 150 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 500 partes de agua. Se aplicó a una tela de algodón por el procedimiento, usual obteniéndose un producto muy resistente a la llama. La cura se efectuó a 340°F durante cinco minutos.

- - - - -

15 Los siguientes son ejemplos del uso de una base débil para producir en parte otra fuerte.

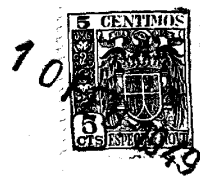
EJEMPLO 31.

20 Se calentó a 165°F una mezcla de 65,0 partes de dicianidamida, 100 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 100 partes de agua, y se produjo una violenta reacción, aumentando la temperatura. Entonces se formó una cantidad apreciable de guanilurea, a la que se añadieron 150 partes de urea y 110 partes de agua, aplicando la solución resultantes a un tejido de algodón, que se desecó, se curó a 340°F durante cinco minutos, y luego se lavó y secó.

25 Así se obtuvo una excelente y duradera resistencia a la llama.

EJEMPLO 32.

30 En una vasija cerrada se calentaron 53,4 partes de dicianidamida y 160 partes de ortofosfato ácido de amonio a 515°F, formándose una cantidad apreciable de guanidina en estado de fosfato. Se mezclaron 24 partes de



este material con 150 partes de agua caliente, y la solución resultante se aplicó a un tejido de algodón por el procedimiento regular, obteniéndose buenos resultados.

- - - - -

5 Los siguientes ejemplos muestran el uso de productos de sustitución de la base.

EJEMPLO 33.

10 Se preparó una mezcla compuesta de 65 partes de diciandiamida, 100 partes de ácido ortofosfórico (75%), 150 partes de urea, 28 partes de fenil biguanidina y 210 partes de agua, y se aplicó por el método acostumbrado.

Se obtuvieron productos muy resistentes a la llama.

EJEMPLO 34.

15 Se preparó una mezcla de 50 partes de diciandiamida, 120 partes de metilurea, 10 partes de carbonato de guanidina, 75 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 200 partes de agua, aplicándola conforme al procedimiento usual a un tejido de algodón, para obtener un producto
20 final muy resistente a la llama.

- - - - -

Como ejemplos del uso de ácidos sustituidos, se llama la atención sobre los siguientes:

EJEMPLO 35.

25 Se aplicó, de conformidad con el procedimiento descrito, una mezcla compuesta de 200 partes de urea, 100 partes de ácido sulfámico, 100 partes de agua, 15 partes de hidróxido amónico (28%) y 50 partes de formaldehído (37%).

30 Los resultados obtenidos fueron satisfactorios.

187054

- 33 -

10 FEB



EJEMPLO 36.

5 Se aplicó a una tela de algodón una mezcla compuesta de 150 partes de urea, 100 partes de hexafosfato-dinitruro amónico y 350 partes de agua; el tejido se secó y se curó a 320°F durante siete minutos, siendo después sometido a lavadura y nueva desecación.

El producto obtenido tenía buenas y permanentes propiedades ignífugas.

EJEMPLO 37.

10 Se preparó una mezcla calentando primero a 180°F durante una hora, 300 partes de ácido sulfámico, 300 partes de urea y 100 partes de agua. El jarabe denso resultante se diluyó con 200 partes más de agua, y con este líquido se impregnó un tejido de algodón, que
15 luego se secó, curó, lavó y secó de nuevo como en los precedentes ejemplos.

El tejido presentaba buena resistencia a la inflamación.

EJEMPLO 38.

20 Se hicieron reaccionar 140 partes de pentóxido de fósforo y 130 partes de carbonato amónico para obtener ácido diamidofosfórico, y se añadieron a éste 300 partes de urea, 125 partes de carbonato de guanidina y 650 partes de agua. Esta mezcla se aplicó a un tejido
25 de algodón por el procedimiento regular, obteniéndose buenos resultados.

- - - - -

30 Las fórmulas que anteceden se aplicarán todas a material celulósico de algodón. El siguiente ejemplo muestra la aplicación de este procedimiento a pulpa o pasta de madera.



EJEMPLO 39.

5 Se empapó pasta de madera en hojas, como la empleada para la fabricación de viscosa, en una solución caliente de 57 partes de ácido polipirofosfórico, 66 partes de urea y 350 partes de agua; después se exprimió bien, se secó y se curó a 340°F durante seis minutos. La pasta resultante, de igual aspecto que la ordinaria, era sumamente ignífuga.

10 A título de ejemplo de aplicación a tejidos de rayón, nos referimos al siguiente, en que se emplean géneros de punto de rayón afelpado.

EJEMPLO 40.

15 Se preparó una mezcla de 33 partes de dician- diamida, 100 partes de urea, 50 partes de ácido ortofos- fórico (75%), 10 partes de carbonato de guanidina y 500 partes de agua, y se aplicó al tejido de rayón arriba descrito, por el procedimiento usual, y se curó a 340°F durante seis minutos.

20 Los géneros de punto resultantes ofrecían buena resistencia a la llama.

- - - - -

Respecto a la aplicación de este acabado a tejidos proteínicos, presentamos los siguientes ejemplos:

EJEMPLO 41.

25 Se preparó una mezcla de 116 partes de car- bonato de guanidina, 289 partes de urea, 162 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 433 partes de agua. Luego se aplicó a un tejido de lana pura, se secó, se curó cin- co minutos a 340°F, y se lavó y secó de nuevo.

30 El tejido de lana resultante ofrecía buena resistencia a la inflamación.

187054



EJEMPLO 42.

Se repitió el anterior procedimiento, pero aplicado en este caso a un tejido de seda Tussa 100% en lugar del tejido de lana.

5 El tejido de seda resultante tenía buenas propiedades ignífugas;

EJEMPLO 43.

Se preparó una mezcla de 33 partes de dician-
diamida, 100 partes de urea, 10 partes de carbonato de
10 guanidina, 50 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 400
partes de agua. Se aplicó luego a un tejido que conte-
nía 75% de rayón hilado y 25% de aralac, por el proce-
dimiento regular, dándole apresto a 300°F durante cua-
tro minutos.

15 Así se obtuvo un tejido de buena resistencia
a la llama.

- - - - -

He aquí varios ejemplos del empleo de bases
fuertes exclusivamente:

EJEMPLO 44.

Se aplicó por el procedimiento habitual una
solución de 100 partes de carbonato de aminoguanidina,
50 partes de ácido fosfórico (75%), 80 partes de agua,
25 partes de hidróxido amónico (26%) y 25 partes de formal-
25 dehído (37%). La cura se hizo a 310°F, durante doce mi-
nutos. El producto resultante ofreció bastante resisten-
cia a la llama.

EJEMPLO 45.

30 Se preparó una mezcla compuesta de 260 partes
de ácido pirofosfórico, 320 partes de carbonato de gua-
nidina y 750 partes de agua, y se aplicó a un tejido de

187054

- 36 -



algodón por el método ordinario, curándolo a 340°F durante cinco minutos. El tejido era bastante ignífugo, con bajo grado de resistencia.

- - - - -

5 Siguen a continuación varios ejemplos del uso de bases fuertes y débiles, no en forma de sales:

EJEMPLO 46.

Se preparó una mezcla de 50 partes de dician-
diamida, 115 partes de urea, 75 partes de ácido ortofos-
fórico y 175 partes de una solución acuosa que contenía
10 5,1 partes de guanidina. La mezcla se aplicó a un tejido de algodón por el procedimiento regular. El lapso de curación fué de cinco minutos, a 330°F.

Los productos obtenidos eran ignífugos y muy
15 duraderos.

EJEMPLO 47.

Se preparó una mezcla de 85 partes de urea,
53 partes de ácido ortofosfórico (75%) y 100 partes de
una solución acuosa que contenía 20 partes de guanilurea,
20 y se aplicó a un tejido de algodón como de costumbre, curando éste durante cuatro minutos a 330°F.

El producto ofrecía muy buena resistencia a la
llama.

- - - - -

25 Hemos obtenido asimismo buenos resultados aplicando el procedimiento a papel y madera. Especialmente en esta última, para impregnarla puede aplicarse presión o el vacío con objeto de eliminar el aire, aplicando luego la solución a presión, retirando el exceso, secando, si se
30 quiere, y curando el material.

También se ha comprobado que el procedimiento

187054

- 37 -

10 FEB



es aplicable al tratamiento de materiales orgánicos, como los carbohidratos y los colorantes, que contienen grupos OH o NH y pueden combinarse con los ácidos reactivos, siempre que estos materiales no sean demasiado volátiles ni se alteren en las condiciones del proceso.

5

Se consiguen excelentes resultados en cuanto a duración y resistencia si las fibras de celulosa ignífugas por este procedimiento con ácido fosfórico contienen un grupo fosfórico por cada cuatro unidades de piranosa contenidas en la celulosa. Es notable que la resistencia a la llama pueda obtenerse con una combinación tan pequeña, lo que probablemente obedece al hecho de que casi todos los ingredientes del complejo aplicado al material fibroso contribuyen a reducir la inflamabilidad. Así, los complejos ignífugos contienen grandes cantidades de nitrógeno y fósforo, sustancias ambas que al arder producen gases o materias volátiles que tienden a consumir el oxígeno, sofocando la llama. Disminuyendo la relación entre el grupo ácido y las unidades de piranosa, la resistencia a la llama bajará proporcionalmente.

10

15

20

Algunos de los materiales mencionados ofrecen una resistencia desusada a las sales y a las soluciones jabonosas fuertes, lo que hace el producto final particularmente útil para uniformes militares, sometidos a jabonaduras y manejos sumamente duros. En muchos de los ejemplos expuestos, el producto terminado tiene una capacidad mayor que en otros para el intercambio de iones, pues los grupos de acción aniónica existentes en el complejo, presentan afinidad por cationes como los contenidos en agua salada, soluciones jabonosas fuertes y aguas duras. En virtud de esta facultad de intercambio iónico, las características ig-

25

30

187054

- 38 -

10 FEB



nífugas, aunque resistentes substancialmente al agua, a la limpieza en seco y al lavado ordinario, con el tiempo ceden algo en presencia de agua salada y de jabonaduras fuertes.

5 También se ha comprobado que tejidos sujetos al procedimiento son resistentes a las arrugas, sobre todo si se aplican los grados superiores de sustitución en la celulosa. Aunque los tejidos tratados así tienden a hincharse en presencia de agua, desprenden ésta con facilidad y se secan aprisa. Esta condición de secarse rápidamente es-
10 tá en acusado contraste con el comportamiento de las mismas telas antes de tratarlas, en las que se evapora lentamente el agua absorbida.

 Creemos que la disminución de la resistencia a
15 la llama ocasionada por estos iones metálicos proviene, en primer lugar, de sustituirse el valioso nitrógeno por el metal, y además, de que la adición del ión metálico al radical fosfato disminuye la fácil transformación de este grupo en óxidos de fósforo, tan útiles para evitar la pro-
20 ducción de llama.

 La resistencia al intercambio de iones, y por lo tanto, según queda descrito, la mayor permanencia a las sales y a las soluciones jabonosas, puede obtenerse a costa de la resistencia del tejido prolongando algo el lapso
25 de curación, por ejemplo, dándole una duración de cinco a unos 20 minutos, con una temperatura de 300°F a 350°F, aproximadamente, seguida de lavadura en agua caliente y desecación. Preferimos, y así lo hacemos habitualmente, retener de 80 a 90% de resistencia a la tracción, aunque
30 puede bajarse algo más (una reducción de 30% en este respecto viene a ser la máxima tolerable), consiguiendo así

187054

- 39 -

10F



una durabilidad mayor con la misma solución e igual tipo de tejido.

5 La resistencia al intercambio de iones puede obtenerse, y es lo preferible, con una solidez buena o superior del tejido, por medio de grupos nitrógeno, que evitan o retardan la adición de iones metálicos. Los grupos amoníaco, por ejemplo, se reemplazan muy fácilmente por un ión metálico, mientras que otros, como la guanilurea, la guanidina, la biguanidina, la melamina, etc. son de sustitución menos fácil. Por consiguiente, las fórmulas en que entren estos productos químicos en cantidades suficientes ofrecen más resistencia al intercambio iónico y una permanencia a la jabonadura y la lixiviación proporcionalmente mayor.

10

15 Como queda explicado, algunas de estas bases complejas se forman durante la reacción en el líquido y en la tela durante el curado. Esto ocurre sobre todo cuando se emplean sales nitrogenadas del ácido, tales como fosfato diamónico o monoamónico y fosfato de hidracina, aunque se originan cambios hacia grupos nitrogenados más complejos hasta cuando se usa el ácido fosfórico libre como material de partida.

20

25 Esto último es consecuencia hasta cierto punto de que, siempre que se calienta el ácido fosfórico a elevada temperatura, se libera amoníaco, que desempeña la parte del suministrado en otro caso por el fosfato diamónico. La facilidad con que se forman estas combinaciones complejas depende también hasta cierto punto del compuesto nitrogenado que se use al principio. Por ejemplo, la dicianidamida es un compuesto muy reactivo en estas condiciones, y reacciona con el ácido fosfórico o el fosfato amónico for-

30

187054

- 40 -

10 FEB



mando combinaciones más completas, que dan mayor permanencia al producto final.

5 En los ejemplos que acabamos de ofrecer conviene a menudo calentar la solución mientras se prepara, a fin de que se produzcan algunos de estos cambios. Por ejemplo, en una fórmula que comprende diciandiamida, ácido fosfórico, urea y agua, pueden reaccionar primero juntos la diciandiamida, el ácido y algo de agua a temperaturas altas, añadiéndose luego la urea y el resto del agua para formar la solución definitiva.

10 El intercambio iónico puede reducirse algo mediante tratamientos ulteriores con sustancias tales como los compuestos nitrogenados que antes se mencionan, pero no parece ganarse mucho procediendo así.

15 Generalmente, el margen preferido de temperaturas de curación en el proceso vá de unos 280°F a 400°F, y la operación lleva aproximadamente de 45 minutos a 1/2 minuto. Para resultados óptimos preferimos una temperatura de 320° a 360°F, y un período de 15 a 3 minutos, tratándose de aparatos corrientes. Cuando se dispone de un equipo suficiente para tratar el material con rapidez apropiada a fines comerciales, la temperatura puede bajar y prolongarse la operación, como antes se ha dicho.

20 La desecación y el curado pueden combinarse en un solo pase, con tal de que la cura sea apropiada.

25 En las reivindicaciones se emplea el término "ácido" en el sentido de incluir únicamente los ácidos ignífugos capaces de reaccionar con la celulosa y el compuesto nitrogenado en las condiciones del proceso, según se ha descrito, y que, como tales, no son excesivamente volátiles ni producen durante las operaciones sustancias

187054

- 41 -



químicas que alteren el carácter de las fibras en su perjuicio; así como los equivalentes de tales ácidos, según se indica en esta memoria. En la palabra "base" incluimos sólo materias básicas orgánicas nitrogenadas, débiles, fuertes o anfóteras, que sean al menos algo hidrosolubles, que en las condiciones del procedimiento reduzcan la acidez y regulen o moderen la reacción entre la celulosa y el ácido, y que entren en el complejo ácido-celulosa dándole nitrógeno; además, no han de contener carbono en cantidad tan grande que disminuyan excesivamente la inflamabilidad; y también se incluyen sus equivalentes, según se indica en esta memoria.

Este material se ha de emplear conforme a este procedimiento. Pero ello no significa que no pueda utilizarse a la vez otro material básico u otros ingredientes suplementarios, mientras no influyan en las reacciones deseadas y en los resultados finales.

Así, por ejemplo, pueden usarse bases fuertes para ajustar el pH, con tal de tomar también el material de base según esta patente que suministre nitrógeno al complejo. Cuando se aplique una base fuerte para ajustar el pH, irá acompañada de bases débiles. Entre las bases fuertes que pueden servir para ajustar así el pH citaremos la dietilentriamina, la trietanolamina, el hidróxido sódico, el carbonato sódico y el hidróxido potásico.

Hasta ahora nos hemos referido sobre todo a los aprestos o acabados ignífugos. Como antes se indica, cuando interese una resistencia a la llama acompañada de resistencia al moho, deberá haber en el tejido final de 1% a 5% del elemento básico del ácido (a base de usar el ácido fosfórico) y de 0,25% a 6% de nitrógeno. Si el objetivo pri-



5 mordial es la resistencia al enmohecimiento, la proporción de elemento básico del ácido y de nitrógeno en el tejido terminado puede disminuir apreciablemente, pues se obtienen resultados con pequeñas cantidades. En general, los grupos ácidos dan la resistencia a los mohos. sin embargo, algunas de las bases, como la fenolguanidina, por ejemplo, contribuyen a proporcionarla. El ácido debe compensarse o regularse. Por lo que afecta a la resistencia al moho, a base de ácido fosfórico, se consiguen resultados muy buenos con 1 parte del grupo fosfato por 8 unidades de piranosa; y bajando hasta 1 a 10 16 se mejora notablemente el tejido primitivo.

15 Mientras que en los procedimientos de ignifugación que actualmente se emplean continúa ardiendo el material durante un tiempo perceptible, en los tratados por nuestro procedimiento cesa de arder casi en el acto, al retirar un trozo de ensayo de la llama.

20 Con referencia al uso de aldehidos, cuando conviene reducir la hinchazón del tejido al exponerlo a prolongada humedad, y sirviéndonos de formaldehido y ácido ortofosfórico por vía de ejemplo, el margen del formaldehido oscila en general de 0,2 a 1,5 mols aproximadamente por 1 mol de ácido ortofosfórico, prefiriéndose la relación de 0,4 a 1,0 mols del primero por 1 mol del segundo. si el aldehido se mantiene próximo al límite inferior, hay que tener cuidado al curar, pues es menor la compensación. Añadiendo exceso de aldehido, la compensación es excesiva, y hace falta curar durante más tiempo.

30 He aquí algunos ejemplos de empleo de aldehidos:

187054

- 43 -

10 FEB



EJEMPLO 48.

5 Se preparó una solución exactamente del modo descrito en el ejemplo 9a, compuesta de 100 partes de urea, 50 partes de ácido ortofosfórico (75%), 7 partes de hidróxido amónico (28%), 50 partes de formaldehido (37%) y 50 partes de agua.

10 La solución era clara como el agua, y con ella se impregnó una tela de algodón (cutí o dril), como se describe en el ejemplo 9a, secándolo en una rama.

Una parte de la tela se curó a 345°F durante tres minutos y 40 segundos, y luego se lavó como de ordinario en agua muy caliente, secándola después.

15 Otra parte de la tela se curó a 300°F durante 22 minutos, y luego se lavó también con agua muy caliente, para secarla después.

Las dos muestras ofrecieron una resistencia prácticamente igual a la llama, y la permanencia del acabado también era equivalente.

20 La diferencia esencial entre las soluciones de los ejemplos 9 y 48 es que en éste se emplearon 50 partes de formaldehido en vez de 10 utilizadas en aquel. El aumento en formaldehido prolonga el tiempo necesario para el curado.

25 También se observará que al aumentar la temperatura de curación disminuye el tiempo necesario, y a la inversa.

EJEMPLO 49.

30 Se preparó una solución como antes, pero compuesta de 100 partes de urea, 50 partes de ácido ortofosfórico (75%), 7 partes de hidróxido amónico (28%), 27 partes de formaldehido (37%) y 55 partes de agua.

187054

- 44 -

10F



5 La solución, clara como el agua, se aplicó a un tejido de algodón, que se secó en una rama como se ha descrito en los otros ejemplos. Luego se curó a 250°F durante dos horas, se lavó y se volvió a secar. El tejido resultante era ignífugo en grado satisfactorio, así como de apropiada duración.

Este ejemplo demuestra también que al disminuir la temperatura de curación hay que dedicar a esta operación más tiempo.

10

EJEMPLO 50.

La fórmula y el método de operación en este ejemplo fueron idénticos a los descritos en el anterior, pero en este caso la tela de algodón se curó a una temperatura de 400°F durante 30 segundos, y luego se lavó y secó en la forma habitual.

15

El producto terminado era satisfactorio y duradero.

20

Podemos emplear en vez de formaldehído otros aldehídos. Por ejemplo, dá buenos resultados una solución compuesta de 200 partes de urea, 100 partes de ácido fosfórico (75%), 114 partes de agua y 15 partes de hidróxido amónico (28%), con 50 partes de glioxal (30%).

25

También cabe emplear un aldehído halogénico en vez de formaldehído. Es satisfactoria una solución de 200 partes de urea, 100 partes de ácido ortofosfórico (75%), 114 partes de agua, 15 partes de hidróxido amónico (28%) y 75 partes de hidrato de cloral.

30

Hemos usado asimismo mezclas de aldehídos. Por ejemplo, los resultados son buenos con una solución compuesta de 200 partes de urea, 100 partes de ácido

187054

- 45 -

10F



ortofosfórico (75%), 100 partes de agua, 15 partes de hidróxido amónico (28%), 25 partes de formaldehído (37%) y 25 partes de glioxal (30%).

5 Es posible emplear otros aldehídos, por ejemplo, acetaldehído, acroleína y aldol. Deberán ser de bajo peso molecular (cadena de carbono de 1 a 4 miembros), capaces de reaccionar con el compuesto nitrogenado, y a ser posible también con la celulosa, en las condiciones del proceso.

10

-----: N O T A :-----

Se reivindica como objeto de esta patente:

15 1.- Procedimiento para reducir la inflamabilidad de materiales fibrosos y hacerlos resistentes a los mohos, mediante la producción de un complejo del material con ácido y nitrógeno, caracterizado por impregnar el material fibroso con una solución acuosa cuyo componente eficaz es el producto de la reacción entre; 1)
20 uno o más compuestos ácidos inorgánicos, substancialmente hidrosolubles, de la clase que comprende ácidos del fósforo y del azufre libres de grupos orgánicos y de componentes que cedan oxígeno o halógenos, y que son prácticamente no volátiles en las condiciones del proceso, y sales de tales ácidos, descomponibles y volátiles en tales condiciones; y 2), uno o más compuestos
25 orgánicos no metálicos, básicos en solución ácida y solubles en ella, que contienen nitrógeno y acusan una relación de carbono a nitrógeno de 2 a 1 a lo sumo, después de lo cual se seca el material, y se calienta a una
30 temperatura que oscila desde 250°F a 400°F aproximadamen-

187054

- 46 -



5 te, durante un lapso aproximado de 120 minutos a 30 segundos, lavándolo y secándolo; estando además caracterizado el procedimiento porque la composición del líquido es tal que el pH del material fibroso calentado, antes de lavarlo, varía entre 3 y 6, y porque la temperatura y el período elegidos entre los márgenes señalados y la cantidad del producto de la reacción aplicado al material, así como la de ácido y nitrógeno presentes en dicho producto, están correlacionados para formar con el citado material un complejo que contiene una proporción del elemento base del ácido equivalente al 1 a 5% de fósforo, y para introducir en el mencionado complejo de 0,5 a 6% de nitrógeno, ambos en peso, con relación al material finalmente lavado y seco.

10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el compuesto ácido inorgánico está exento de metal.

15 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, en el que la concentración de sustancias sólidas aplicadas al material se halla comprendida aproximadamente entre el 30 y el 70% en peso.

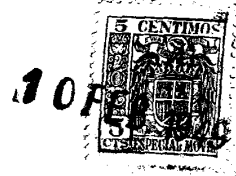
20 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el margen de temperaturas comprende desde 320°F a 360°F aproximadamente, y el tiempo oscila entre 15 y 3 minutos aproximadamente.

25 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en que el pH del material fibroso calentado oscila entre 3 y 6 aproximadamente.

30 6.- Procedimiento según cualquiera de las

187054

- 47 -



reivindicaciones que preceden, en el que el ácido es el ortofosfórico.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, en el que el ácido es el sulfámico.

5 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que se emplea como substancia ácida la sal fosfato ácido de diamonio.

9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, en el que el compuesto orgánico es una mezcla de bases débiles y fuertes con relación al ácido.

10 10.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, en el que el compuesto orgánico es la urea.

11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, en el que el compuesto orgánico es la guanidina.

15 12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, en el que el compuesto orgánico es una mezcla de urea, diciandiamida y guanidina.

13.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la concentración de ácido en la solución es aproximadamente de 7%, la temperatura alrededor de 340°F, y el tiempo de unos 5 minutos.

20 14.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la concentración de ácido es, por lo menos de un 15%, la temperatura de unos 250°F a unos 400°F, y el tiempo de 120 minutos a 1 minuto.

25 15.- procedimiento según la reivindicación 1, en el que la solución se compone de 50 partes de diciandiamida, 113 partes de urea, 10,5 partes de carbonato de guanidina, 75 partes de ácido ortofosfórico (75%), y 158 partes de agua.

30 16.- procedimiento para reducir la inflamabili-

187054 - 48 -

10 FEB



dad de materiales fibrosos y hacerlos resistentes a los mohos.

Esta memoria consta de cuarenta y ocho páginas, escritas por una sola cara.

BARCELONA, 10 FEB. 1949

P.A.

JOSÉ M. ...