

250827



15

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

250827

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UNA COMPOSICION PARA LA IGNIFUGACION DE TEJIDOS O HILADOS, ESPECIALMENTE FIBRAS CELULOSICAS", a favor de la firma italiana REGGIANI MANIFATTURA, S.A., Quartiere Redona, BERGAMO (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a una composición ignífuga utilizable para el tratamiento de acabado de tejidos e hilados, especialmente de fibras celulósicas.

5. Es sabido que ciertos compuestos orgánicos aplicados a los tejidos les confieren la facultad de ser resistentes a la propagación de las llamas; sin embargo, estos productos se eliminan del tejido al primer lavado y desaparecen así las propiedades ignífugas.

10. Ha habido muchísimas tentativas de obtener tejidos ignífugos resistentes al lavado, pero los métodos propuestos de



15 J

250827

jan mucho que desear, ya sea porque el tejido adquiere un tacto duro, perdiendo las propiedades de drapeado y disminuyendo el brillo de las fibras y de los colores, ya sea porque el tratamiento resultaba muy complicado.

5. Algunos de los métodos propuestos no alteran mucho ni el tacto del tejido ni su aspecto general, pero la resistencia al lavado es absolutamente insuficiente, ya que no resisten a los álcalis ni al agua a temperaturas superiores a los 40°C.

10. Las prendas de vestir han de ser lavadas y, por consiguiente, las soluciones hasta ahora propuestas son aplicables sólo en campo muy limitado.

15. En los últimos años han sido propuestos nuevos métodos que, aunque mantienen invariable o casi el aspecto del tejido, producen una ignifugación sólida al lavado. El inconveniente de estos métodos, además del precio elevado de los productos necesarios para su elaboración, consiste en la aplicación, durante la cual se desprenden gases de olor muy desagradable, picantes y en ciertos casos tóxicos. Además, si los tejidos están teñidos, los productos empleados influyen desfavorablemente sobre los colores.

20. El presente invento tiene por objeto una composición para el tratamiento de acabado de tejidos e hilados, especialmente a base de fibras celulósicas, destinada a darles propiedades ignífugas que resisten incluso después de varios lavados enérgicos, como por ejemplo los lavados a los que se someten ciertas prendas como son los monos para mecánicos, vestidos de niños, etc.

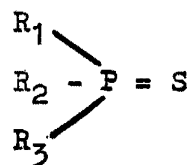
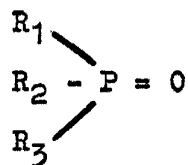
25. La composición según el invento está principalmente caracterizada por la asociación de los siguientes compuestos:

30.

250827

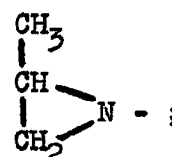
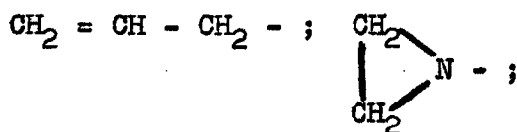


A) Un derivado orgánico de fósforo, seleccionado entre los compuestos de fósforo del tipo alquil-fosfinona o alquil-tiofosfinona de la fórmula

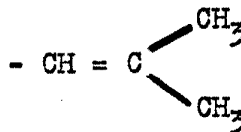
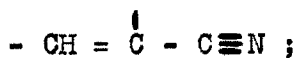
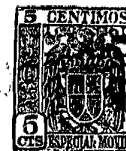


5. en el cual, por lo menos, dos de los radicales, que pueden ser iguales o diferentes entre sí, deberán tener al máximo cuatro átomos de carbono y contener un grupo reactivo caracterizado o por dobles enlaces o por estructuras cíclicas capaces de dar polímeros o copolímeros, pudiendo ser el tercero un hidrógeno o un radical alquílico no reactivo.
10. B) Un compuesto alifático de un número de átomos de carbono no superior a 6, que contenga por lo menos dos grupos nucleófilos unidos al mismo o a diferentes átomos de carbono.
- C) Un ácido mineral polibásico o sus sales amónicas, seleccionado entre los oxiácidos cuyo grupo aniónico contiene uno o más átomos de azufre, wolframio, fósforo o boro,
- 15.

Ejemplos de R_1 , R_2 y R_3 son de fórmulas :

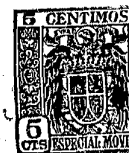


25-827

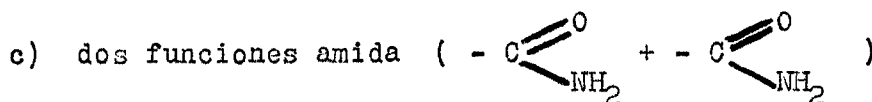
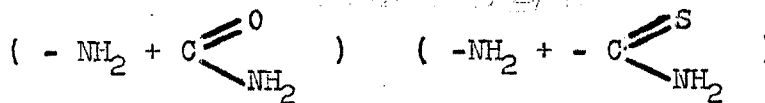


- Los compuestos de fósforo antes citados, proporcionan generalmente al tejido ya por sí solos una cierta resistencia a la propagación de las llamas, que, sin embargo, no es satisfactoria y no resiste a un lavado enérgico, probablemente por el simple hecho de que dichos compuestos no son más que polímeros insolubles no unidos a la celulosa o que tienen con ella poquísimos enlaces.
5. En cambio, la composición según el presente invento forma en las fibras un compuesto polímero ignifugante, preferentemente unido químicamente con las moléculas de celulosa y, por consiguiente, difícilmente eliminable y esto gracias al empleo del citado compuesto alifático con no más de 6 átomos de carbono, que contiene por lo menos dos grupos nucleófilos unidos al mismo o a diferentes átomos de carbono.
10. La función exacta de este compuesto alifático no está del todo clara. Se presume que actúe como retardante de la velocidad de polimerización de los derivados del fósforo empleados, evitando o limitando la formación de polímeros con sí mismos y desplazando la reacción en el sentido de la combinación con la celulosa.
15. A los efectos del invento, se han demostrado útiles ciertos compuestos alifáticos del tipo antes mencionado, que contienen como grupos nucleófilos por lo menos las siguientes funciones :
20. a) dos funciones amina (-NH₂ + -NH₂)
b) una función amina y una función amida o tioamida
- 25.

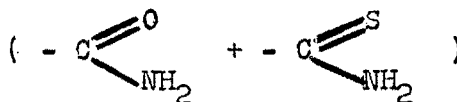
= 5 =



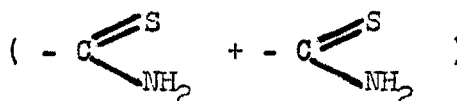
15



d) una función amida y una función tioamida



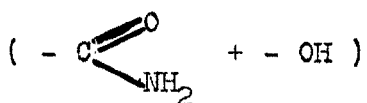
e) dos funciones tioamida, de fórmula



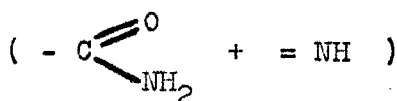
f) una función amina y una función alcohol de fórmula $(-\text{NH}_2 + -\text{OH})$

5.

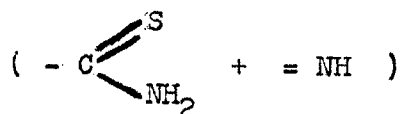
g) una función amida y una función alcohol de fórmula



h) una función amida y una función imina de fórmula



i) una función tioamida y una función imina de fórmula



j) una función imina y una función alcohol de fórmula

10.

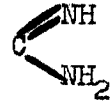
la $(=\text{NH} + -\text{OH})$

k) una función hidracina de fórmula $(\text{NH}_2-\text{NH}-)$



250627

15 J

l) una función amidina de fórmula (- )

m) Imidazolidina - 2

n) aminas secundarias o terciarias en las que los radicales unidos al nitrógeno contienen uno o más grupos nucleófilos entre los ya citados, como la función alcohol.

5.

Se pueden, pues, emplear como constituyente B aminas primarias, secundarias y terciarias que contengan hidróxilos u otros grupos nucleófilos ya citados, como por ejemplo etilendiamina, mono-, di- y trietanolamina, así como también carbamida, tiocarbamida, guanidina, etilenurea, dimetiloletilenurea y otros análogos.

10.

Como ejemplos del componente C han de citarse el sulfato amónico, bisulfato amónico, fosfato mono-, bi- y triamónico, borato amónico y wolframato amónico. En este caso se trata de una clase de agentes ignífugantes, ácidos minerales polibásicos y sus sales amónicas, en los que la presencia del reactivo electrófilo H^+ implica probablemente una saturación de los grupos terminales nucleófilos del compuesto formado entre la celulosa, el derivado retardante y el derivado de fosfonio, sirviendo al mismo tiempo para formar enlaces transversales que conducen a la formación de una resina perfectamente insoluble en el agua, en los álcalis y en los ácidos.

15.

20.

Según otra hipótesis bien fundada, las sales amónicas de estos ácidos minerales polibásicos podrían formar, en el extremo de la cadena ya unida a la celulosa, funciones amida no hidrolizables o difícilmente hidrolizables.

25.

La composición según este invento es soluble en agua y el tratamiento de los tejidos, fibras o hilados se realiza en aparatos de tratamiento en húmedo, de cualquiera de los tipos adecuados a tal fin. En general, se regulará la concen-

30.



250827

- tración del baño y el tiempo del tratamiento de tal modo que la cantidad de substancia sólida absorbida por el tejido, fibras o hilados esté comprendida entre el 10% y el 40% del peso del material a tratar. Además, y aunque ésto no sea absolutamente indispensable, es preferible que en la composición (y por consiguiente en el baño) se hallen presentes 1 a 4 moles del componente A y de 2 a 4 moles del componente B por cada mol del componente C.
5. Existen propuestas anteriores que pretenden obtener
10. la ignifugación permanente partiendo de fosfatos y urea u otras bases orgánicas. La bibliografía ilustra las reacciones que deberían tener lugar en este caso entre los productos cita- dos y la celulosa. Ahora bien, dado que la esterificación de la celulosa requeriría, como todas las reacciones de este tipo, un tiempo más bien considerable y una temperatura muy elevada para verificarse, es prácticamente imposible obtener con dichos productos una ignifugación permanente. En efecto, la resistencia a un lavado alcalino en caliente del material así
15. tratado, es prácticamente nula. En cambio, en el caso del
20. presente invento, la velocidad de reacción de los poliácidos con grupos nucleófilos de los otros constituyentes parece ser mucho más rápida y, de este modo, el producto ignifugante que da fuertemente unido a la celulosa a través de los compuestos previamente unidos químicamente a élla.
25. La posibilidad de reacción de estos compuestos entre sí y con la celulosa es muy compleja, por lo cual sería dificil establecer con exactitud la fórmula del polímero global que resulta y es evidente que éste variará también con las condiciones del tratamiento.
30. Por cuanto expuesto, resulta claramente que el presen



250827

te invento no consiste simplemente en una mezcla cualquiera de productos ya conocidos, sino que se funda en la síntesis in situ de un polímero orgánico con la celulosa, que confiere a ésta una ignifugación resistente a muchos lavados alcalinos, en las condiciones más enérgicas de la práctica, es decir, hasta 90°C, con soluciones que contienen una alcalinidad como la dada por 2 g/l de carbonato sódico y 5 g/l de jabón.

Esta notable resistencia al lavado justifica ampliamente la fundada hipótesis de la formación de los citados polímeros orgánicos mencionados y, además, pone de manifiesto las características de diferencia respecto a las técnicas anteriores en esta materia.

E J E M P L O 1

Un tejido de algodón (drill) de 280 g/m² teñido en crudo con colorantes de tina tipo Hydrona, se trata con una solución que contiene 80 g/l de borato amónico, 160 g/l de carbamida y 250 g/l de óxido de tri-etilen-iminofosfonio.

Se impregna el tejido dejando sobre el mismo un 60-80% de líquido.

Se seca entre 60 y 90°C en aparatos con circulación de aire y después se trata durante 5 minutos a 130-150°C.

Un lavado final en agua a 60-70°C que contenga un detergente completa el tratamiento.

E J E M P L O 2

Un tejido de viscosilla, del peso de 330 g/m² tejido en borra con colorantes directos, se impregna en un baño que contenga 75 g/l de fosfato diamónico, 160 g/l de carbamida y 200 g/l de óxido de trietileniminofosfonio, dejando sobre el

tejido un 90% de líquido de impregnación. Después se seca a



250827

90°C y se polimeriza durante 4 minutos a 140°C. Sigue el la vado final como en el ejemplo 1.

E J E M P L O 3

5. Una franela (tejido de algodón cardado) blanca, de un peso de 140 g/m², se trata como en los ejemplos anteriores con un baño que contiene 80 g/l de sulfato amónico, 150 g/l de etilendiamina y 200 g/l de sulfuro de tri2-metiletileniminfosfonio.

10. El resto del tratamiento es igual a los ejemplos anteriores.

Después del tratamiento, el tejido puede estamparse.

E J E M P L O 4

15. Un tejido de algodón (gabardina), de un peso de 400 g/m², descrudado, mercerizado y teñido con colorantes Indanthren, se trata en un baño que contenga 80 g/l de fosfato monoamónico, 200 g/l de tiourea y 250 g/l de óxido de metilaminodietileniminfosfonio.

El resto del tratamiento se efectúa como para los ejemplos anteriores.

20. Con los procedimientos descritos se obtienen resultados de ignifugación y de solidez al lavado de la misma, que responden a las siguientes pruebas :

25. a) - Después de 10 segundos de contacto con una pequeña llama, el tejido no continúa ardiendo por más de 10 segundos y no deja incandescencia sucesiva.

El tejido sometido a 12 lavados consecutivos a una temperatura comprendida entre 60 y 90°C, con 2 g/l de carbonato sódico y 5 g/l de jabón, durante 30 minutos cada uno, debe resistir aún a la prueba a) citada.

30. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser de



25

sarrollada en otras formas de realización que difieran en de-
talle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcan-
zará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues,
realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por que-
5. dar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindica-
ciones.

= . =

N O T A

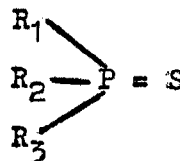
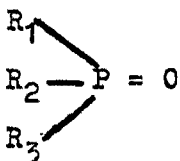
Descrito el invento, se declaran nuevas las siguien-
tes reivindicaciones, con prioridad italiana núm 6 214, depo-
sitada el día 18 de abril de 1.959:

10. 1. Procedimiento para la obtención de una composi-
ción para la ignifugación de tejidos o hilados, especialmen-
te fibras celulósicas, caracterizado esencialmente por el he-
cho de establecer con la celulosa o similar, una síntesis in
situ, de un polímero orgánico, que confiere a esta una igni-
15. fugación sólida al lavado alcalino, hasta unos 90°C, a cuyo
fin se procede a realizar una asociación de elementos esen-
ciales consistentes en un derivado orgánico del fósforo, un
compuesto alifático de no más de 6 átomos de carbono y un áci-
do mineral polibásico o sus sales amónicas con los cuales se
20. forma un baño de impregnación, en el cual, las proporciones
de estos elementos esenciales son, para 1 mol de ácido mine-
ral polibásico a sus sales amónicas, 1 a 4 moles del deriva-
do orgánico del fósforo y 2 a 4 moles del compuesto alifáti-
co.
25. 2. Procedimiento según la anterior reivindicación,



25.7.56

en el que el derivado orgánico del fósforo es seleccionado en tre los compuestos del fósforo del tipo alquilfosfinona y al-kiltiofosfinona de la fórmula

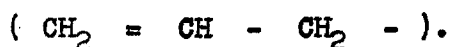


5. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el compuesto alifático de no más de 6 átomos de carbono, debe contener por lo menos dos grupos nucleófilos ligados a un mismo o a diferentes átomos de carbono.

10. 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el ácido mineral polibásico, puede ser substituído por sus sales amónicas y seleccionado entre los oxiácidos cuyo grupo aniónico contiene uno o más átomos de azufre, wolframio, fósforo o boro.

15. 5. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que, los radicales R_1 , R_2 y R_3 son escogidos entre los radicales alquílicos, alquilénicos, N-alkilamínicos, N-alkilenamínicos, N-alkilimínicos, N-alkilenimínicos.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 2 y 5, en el que los dos o los tres radicales R_1 , R_2 y R_3 son radicales alilo de fórmula.



20. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 2 y 5, en el que dos o tres radicales R_1 , R_2 y R_3 son radicales

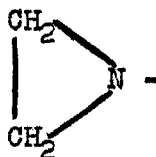
= 12 =



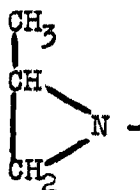
15

250827

N-etilenimina de fórmula

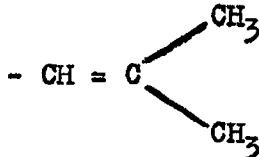


8. Procedimiento según las reivindicaciones 2 y 5, en el que dos o tres radicales R_1 , R_2 y R_3 son radicales 2-metil-N-etilenimina de fórmula



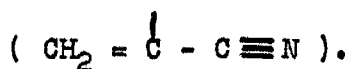
5.

9. Procedimiento según las reivindicaciones 2 y 5, en el que dos o tres radicales R_1 , R_2 y R_3 son radicales isobutileno de fórmula



10.

10. Procedimiento según las reivindicaciones 2 y 5, en el que dos o tres radicales R_1 , R_2 y R_3 son radicales acrilonitrilo de fórmula



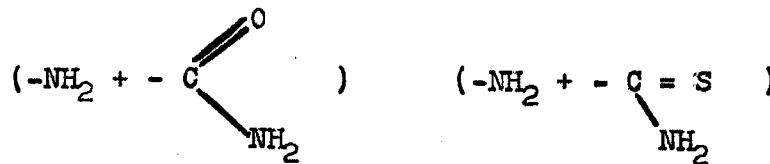


15

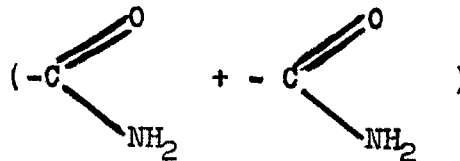
25.827

11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3, en el que los grupos nucleófilos se relacionan entre los compuestos que contienen :

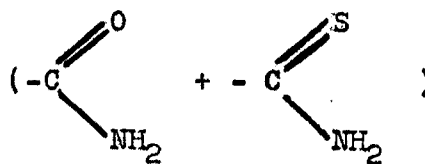
- a) dos funciones amina ($-\text{NH}_2 + -\text{NH}_2$)
- 5. b) una función amina y una función amida o tioamida



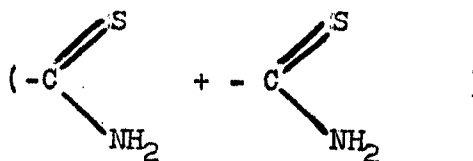
- c) dos funciones amida



- d) una función amida y una función tioamida



- e) dos funciones tioamida, de fórmula



- f) función amina y función alcohol, de fórmula

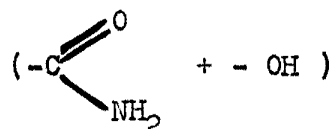
= 14 =

15

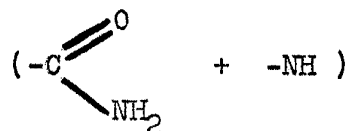


(-NH₂+ -OH) **250827**

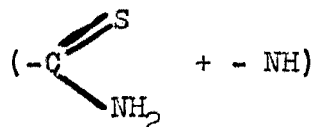
g) función amida y función alcohol, de fórmula



h) función amida y función imina, de fórmula



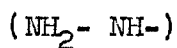
i) función tioamida y función imina, de fórmula



j) función imina y función alcohol, de fórmula



5. k) función hidracina, de fórmula



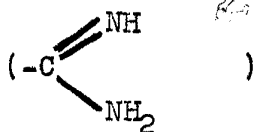
l) función amidina, de fórmula

= 15 =



15

250827



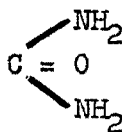
m) Imidazolidona - 2

n) Aminas secundarias o terciarias en las que los radicales unidos al nitrógeno contengan uno o varios grupos nucleófilos entre los ya citados, como la función alcohol.

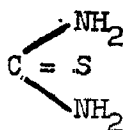
5. 12. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 11, en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la etilendiamina de fórmula



10. 13. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 11 en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la carbamida de fórmula



14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 11, en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la tiocarbamida de fórmula



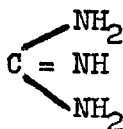
15. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y



15

250327

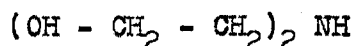
11 en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la guanidina de fórmula



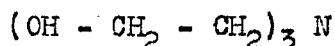
5. 16. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 11, en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la monoetanolamina de fórmula



17. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 11, en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la dietanolamina de fórmula



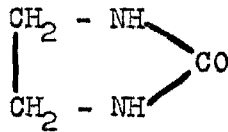
10. 18. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 11, en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la trietanolamina de fórmula



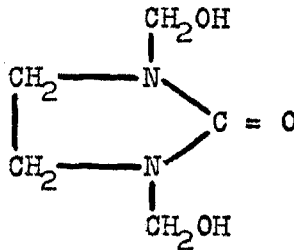
19. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 11, en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la etilenurea de fórmula

= 17 =

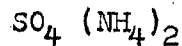
25.327



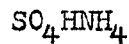
20. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 11, en el que el compuesto orgánico alifático nucleófilo es la dimetilol-etilen-urea de fórmula



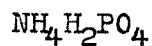
21. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, en el que el componente sal amónica es el sulfato amónico de fórmula



22. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, en el que el componente sal amónica es el bisulfato amónico



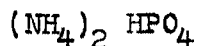
23. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, en el que el componente sal amónica es el fosfato monoamónico



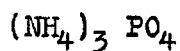
25.827 15



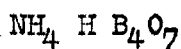
24. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, en el que el componente sal amónica es fosfato biamónico



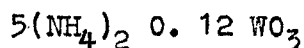
25. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, en el que el componente sal amónica es fosfato triamónico



5. 26. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, en el que el componente sal amónica es el borato amónico



27. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 4, en el que el componente sal amónica es el wolframato amónico



10. 28. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 27, en el que la proporción en su aplicación, de la cantidad de substancia sólida sobre el tejido está comprendida entre el 10 y el 40% del peso de éste.

15. 29. Procedimiento para la obtención de una composición para la ignifugación de tejidos o hilados, especialmente fibras celulósicas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de diecinueve hojas foliadas y escri-

250827

15



tas a máquina por una sola cara, acompañadas de la documentación correspondiente.

Madrid, a 15 JUL. 1959

REGGIANI MANIFATTURA, S.A.

5.

p. a.

JUAN LUIS VILLALBA
P. P.

A large, stylized handwritten signature in dark ink, appearing to be 'J. L. Villalba'.