

336298

PATENTE DE INVENCION  
=====

Ref: Case No. 20.928.



*Memoria Descriptiva*  
*sobre*

"Procedimiento para preparar artículos confor  
mados de poliacrilonitrilo".

=====

*Solicitante:* AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana, re  
sidente en Berdan Avenue, Township of Wayne, Estado  
de New Jersey, EE.UU. de A.

=====

La presente invención se relaciona con artícu-  
los de polímero de acrilonitrilo ignífugos o autoextin-  
guibles, y con métodos y composiciones para preparar-  
los. Más particularmente se relaciona con el uso de  
5. compuestos aromáticos bromados y/o clorados finamente

336298

31 ENE 1951



5. dispersados, sólidos, de alto punto de fusión e insolubles en agua, en combinación con compuestos orgánicos de fosfina o compuestos de óxido de antimonio finamente dispersados, sólidos, de alto punto de fusión e insolubles en agua, para hacer ignífugos o autoextinguibles a los artículos, tales como fibras, de polímeros de acrilonitrilo. También se relaciona con el uso, para la misma finalidad, de solamente compuestos orgánicos de fosfina finamente dispersados, sólidos, de alto punto de fusión y solubles en agua.

10. Bajo la expresión "polímero de acrilonitrilo" debe entenderse aquí una composición de materia que contiene un término medio de por lo menos aproximadamente 70 % de poliacrilonitrilo. El resto de las moléculas de polímero pueden contener un término medio de hasta aproximadamente 30 % de otros materiales etilénicamente no saturados, según es sabido en la técnica.

15. Aunque se puede formar polímeros de acrilonitrilo en artículos conformados de diversos tipos, el uso comercial más importante para polímeros de acrilonitrilo es en la actualidad la forma de fibras. Se puede usar estas fibras como filamentos continuos o como fibras discontinuas en la producción de telas de tejido de punto, telas de tejido común o alfombras, según es sabido en la industria textil.

20. Para muchos usos, es importante hacer ignífugos o autoextinguibles los artículos conformados, especialmente fibras, de polímeros de acrilonitrilo cuando se los expone a la acción de una llama. Ya se sabía que era posible obtener este resultado mediante el uso de
- 25.
- 30.

336298

81 ENE 1951



ciertos aditivos, tales como ciertos fosfatos de halo-  
-alquilo.

5. El problema de obtener ignifugocidad en materia  
les textiles se ve complicado por la necesidad de evi-  
tar numerosos efectos perjudiciales que pueden ser oca-  
sionados por la adición de materiales retardadores de  
fuego. Entre estos efectos perniciosos, que es neces-  
ario evitar, se puede mencionar (a) la necesidad de usar  
una concentración suficientemente elevada del material  
10. retardador de fuego, dentro de las fibras, que puede  
afectar adversamente las propiedades textiles, por ejem-  
plo la resistencia y el alargamiento de las fibras, (b)  
comunicar un tacto áspero a la tela, (c) decoloración  
de la tela, (d) mayor susceptibilidad de la tela textil  
15. teñida, que contiene el retardador de fuego, al desvane-  
cimiento del colorante cuando se expone la tela a la  
luz, calor, lavado, etc, (e) desaparición por lixivia-  
ción del material retardador de fuego de la tela duran-  
te el lavado o el secado, y (f) aumento de la tendencia  
20. de la tela a ensuciarse, como puede suceder cuando se  
usa un retardador de fuego que tiende a formar sobre las  
fibras una superficie pegajosa o líquida.

Con anterioridad a la presente invención, todos  
los materiales retardadores de fuego utilizados con fi-  
25. bras de polímeros de acrilonitrilo presentaban uno o más  
de estos problemas cuando el material era eficaz como re-  
tardador de fuego. Sin embargo, en el caso de la presen-  
te invención, se ha encontrado un nuevo grupo de mate-  
riales retardadores de fuego que comunican a los artícu-  
30. los conformados de acrilonitrilo características efica-



336298

ces de retardo de fuego o de autoextinción, sin producir ninguna de las desventajas mencionadas más arriba.

- En breves términos, la presente invención involucra incorporar una dispersión uniforme y fina de una mezcla de compuestos sólidos, de alto punto de fusión e insolubles en agua, por lo menos uno de los cuales se elige del grupo que consiste en compuestos aromáticos bromados y compuestos aromáticos clorados, y de los cuales por lo menos otro está constituido por ya sea compuestos de fosfina orgánica o compuestos de óxido de antimonio. Sin embargo, si se elige un compuesto de fosfina orgánica se le podrá usar solo.
- 5.
- 10.

- Cada uno de estos compuestos deberá ser un sólido de alto punto de fusión que tiene un punto de fusión superior aproximadamente a 100°C y de preferencia superior aproximadamente a 150°C, que es substancialmente insoluble en agua y que es capaz de ser subdividido para formar una dispersión uniforme en la solución de polímero o de hilado. Esta dispersión uniforme deberá tener partículas que tienen un diámetro que es aproximadamente menor que 10 micrones, y que tienen de preferencia un diámetro que es aproximadamente menor de 5 micrones, cuando se desea hilar el polímero de acrilonitrilo en forma de fibras. Se puede producir esta dispersión uniforme disolviendo el compuesto en el tope de hilado o solución de polímero cuando este compuesto aditivo es soluble en el mismo, o se la puede producir mediante cualquiera de las técnicas mecánicas para desmenuzar materiales sólidos cuando el compuesto aditivo es insoluble en la solución de polímero o tope de hilado. No se describirá en detalle aquí
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

- 5 -  
336298



- la tecnología para producir la dispersión uniforme, puesto que estas técnicas son conocidas en esta materia y se las usa para dispersar materiales, tales como deslustrantes, colorantes o pigmentos, de bióxido de titanio, en soluciones de polímero y topes de hilado. En general,
5. esas mismas técnicas son también aplicables para dispersar, en la solución de polímero o tope de hilado, los aditivos retardadores de llama utilizados en la presente invención.
10. Por lo menos uno de los compuestos que están presentes en la mezcla de aditivos de compuestos sólidos, de alto punto de fusión e insolubles en agua, debe ser un compuesto aromático bromado y/o clorado. Para reducir al mínimo la cantidad de este compuesto que se necesita
15. para comunicar al polímero de acrilonitrilo características eficaces de ignifugocidad o autoextinción, se prefiere por lo general que este compuesto contenga la mayor cantidad posible de bromo y/o cloro ligados al núcleo aromático, aunque se puede usar compuestos parcialmente
20. substituidos. Si se usa estos compuestos parcialmente substituidos, se deberá emplear naturalmente mayor cantidad para llevar el contenido de bromo y/o cloro hasta un nivel subsiguiente para que resulte eficaz. Puesto que el bromo resulta ser aproximadamente 2 a 3 ve
25. ces más eficaz que el cloro, se puede usar una concentración considerablemente menor que compuestos aromáticos bromados para una ignifugocidad equivalente, en comparación con los correspondientes compuestos clorados. Por lo tanto, para poner en práctica la presente invención
30. son particularmente útiles los compuestos tales como

336298



5. hexabromobenceno, éter bispentabromofenilico, 2,4,6-tri  
bromanilina, hexaclorobenceno, pentaclorofenol, penta-  
bromofenol, pentabromomonoclorobenceno, 1,4,5,8-tetra-  
bromonaftaleno, hexabromonaftaleno, y octacloronaftale  
no.

10. Por lo menos otros de los compuestos que están  
presentes en la mezcla aditiva de compuestos sólidos,  
de alto punto de fusión e insolubles en agua, deberá  
ser un compuesto de fosfina orgánica o un compuesto de  
óxido de antimonio. Ilustrativos de estos compuestos or  
gánicos de fosfina son la tribencilfosfina, óxido de  
tribencilfosfina, sulfuro de trimetilfosfina, trifenil-  
fosfina, óxido de trifenilfosfina, y sulfuro de trifenil  
fosfina. De estos compuestos de óxido de antimonio son  
15. ilustrativos el trióxido de antimonio y el antimonato de  
sodio.

20. Es imposible definir categóricamente con gamas nu  
méricas específicas las cantidades de estos compuestos  
que deben estar presentes en el polímero de acrilonitri-  
lo al cual se desea proteger, puesto que se puede nece-  
sitar diferentes magnitudes de las características de ig  
nifugocidad o autoextinción para diferentes usos a los  
cuales se puede destinar los artículos de polímero de  
acrilonitrilo, como así también debido a (a) las diferen  
25. cias en los contenidos de halógeno de los diversos com-  
puestos aromáticos bromados y/o clorados que son útiles,  
(b) la eficacia relativa mayor de los compuestos de bro-  
mo en comparación con los correspondientes compuestos de  
cloro, (c) la eficacia relativa mayor de los compuestos  
30. de fosfina en comparación con los compuestos de óxido de

-7-  
3362981



antimonio, y (d) el grado deseado de retorno de llamas que se desea alcanzar. Sin embargo, usando los principios de la presente invención, y ensayos como los deli-  
5. más adelante, se puede determinar fácilmente las concen-  
traciones óptimas de los compuestos en esta mezcla sinérgica, que se deberán usar para cualquier aplicación determinada para lograr características eficaces satisfactorias de ignifugocidad o autoextinción.

10. Para una descripción más clara y detallada de la presente invención, como la incorporada en ejemplos específicos de la misma, se podrá consultar los siguientes ejemplos a los cuales se presenta para fines solamente  
15. ilustrativos. En estos ejemplos, todas las partes y porcientos son en peso al menos que se indique lo contrario.

#### EJEMPLO I

Se mezcla el aditivo en un tope de hilado de polí-  
mero de acrilonitrilo (89,2% de acrilonitrilo y 10,8% de  
20. metacrilato de metilo) disuelto en un disolvente para el  
polímero (50 partes de tiocianato de sodio y 50 partes  
de agua) para producir una dispersión fina uniforme del  
mismo. Luego se filtra el tope de hilado, se le expulsa  
a través de los orificios de una cabeza hiladora, se coa-  
gula (usando solución acuosa diluida fría de tiocianato  
25. de sodio como coagulante), se leva para librarlo de sol-  
vente, se seca y mediante un procedimiento conocido se  
relaja a 130°C en un ambiente de agua-vapor para prepa-  
rar fibras. Se hace hervir entonces la fibra en agua du-  
rante 1 hr. El análisis del porcentaje de aditivo en la  
30. fibra (a) después de secar, (b) después del tratamiento



con vapor a 130°C, y (c) después de hervir en agua durante 1 hr, demuestra la resistencia del aditivo contra su eliminación por lixiviación durante la operación de hilado de la fibra y durante una operación (simulada)

5. de teñido. En la tabla I se indica los aditivos ensayados y los resultados de este ensayo de retención del aditivo por las fibras.

TABLA I

Aditivo	p.f. °C	Secado	Tratamiento 1 hr en to con vapor a agua hir- por a viente 130 °C		% de per- dida por tratamiento tos subsi- guientes al secado
Tris(2,3-dibromopropil)fosfato	líquido		7,9 %	6,4 %	
Hexabromobenceno	320	13,8 %	13,8 %	13,8 %	0,0 %
Cera parafínica clorada	líquido	5,8 %	5,0 %	4,5 %	22,4 %
1,2,3,4-tetrabromobutano	116	8,8 %	4,2 %	1,8 %	79,5 %
1,3-dibromo-2,2-bisbromometilpropano	150	13,5 %	6,0 %	7,4 %	45,2 %
Eter bispentabromofenilico	300	14,7 %	14,7 %	13,7 %	6,8 %

De acuerdo con la tabla precedente, se puede ver que los compuestos que tienen punto de fusión superiores a 150°C quedan retenidos mejor por las fibras que los otros compuestos. Sin embargo, corresponde observar que los compuestos líquidos dan valores bajos que son engañosos, según se puede ver en la tabla I, puesto que una gran parte de la pérdida de estos aditivos se produjo

10. ya antes del secado. En los ensayos precedentes, se agrega a la muestra de tope de hilado 10 % de tri(2,3-dibro-

336298



propil) fosfato en base al peso del polímero. Por consiguiente, se pierde 36 % del fosfato agregado al tope de hilado.

EJEMPLO II

5. Se agrega y se mezcla bien el aditivo con 100 partes de polímero de acrilonitrilo seco en polvo (92 % de acrilonitrilo y 8 % de metacrilato de metilo). Se vierte 3 g de esta mezcla en un molde circular de un diámetro de 3,17 cm y se los comprime entonces hidráulicamente con una presión de 1.125 kg/cm<sup>2</sup> para formar una tableta de polímero sólido. Se dispone entonces la tableta en un armazón de soporte en posición horizontal y se inflama con una llama azul de 2,54 cm de un microquemador. Cuando se produce la ignición, se retira el quemador y la muestra queda en llama. El hecho de que la tableta continua quemando durante un período prolongado de tiempo o bien deja de quemar dentro de un período breve de tiempo (por ejemplo menor de 1 min), se anota para cada tableta ensayada como "parte" o "Auto-Extinguible" (S.E.), respectivamente. En la tabla II se indica los aditivos ensayados, las concentraciones utilizadas y los resultados logrados.
- 10.
- 15.
- 20.

336298



TABLA II

Aditivo	Análisis de la tableta				Arde o es Auto-Extinguible
	%Br	%P	%SB <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% Aditivo	
Nada					Arde
Hexabromobenceno	25,0			28,8	"
Fosfato de calcio		10,0		50,1	"
Hexabromobenceno + fosfato de calcio	2,6	1,0		7,0	"
Oxido de tribencilfosfina		0,5		5,2	"
Oxido de tribencilfosfina		1,0		10,3	A.E.
Oxido de tribencilfosfina		0,5		4,5	Arde
Oxido de tribencilfosfina		1,0		9,0	A.E.
Hexabromobenceno + óxido de tribencilfosfina	2,5	0,3		6,0	"
Eter bispentabromofenílico + óxido de fosfina	2,5	0,3		6,1	"
2,4,6-tribromanilina + óxido de fosfina	2,2	0,3		6,1	"
Trióxido de antimonio			25,0	25,0	Arde
Hexabromobenceno + trióxido de antimonio	5,0		3,0	8,8	A.E.

De acuerdo con la precedente tabla, se puede ver que solamente los compuestos orgánicos de fosfina son capaces de comunicar características de autoextinción a las tabletas de polímero de acrilonitrilo cuando se los usa solos, siempre que se mantenga la concentración de aditivos a un nivel razonable. Sin embargo, cuando se ensaya

336298



- mezcla de compuestos, se encuentra características de autoextinción para niveles razonables de aditivos cuando se mezcla los compuestos aromáticos de bromo con el compuesto de fosfina orgánica o el compuesto de óxido de antimonio. No obstante, el compuesto de fósforo inorgánico no produce ningún resultado útil, ya sea que se le use solo o se le use con el compuesto aromático de bromo a niveles de aditivos comparables al compuesto de fosfina orgánica. Estos ensayos demuestran también que, para que sea eficaz, se necesita una mayor concentración de óxido de antimonio que de fosfina orgánica en las mezclas sinérgicas de esta clase. Se lleva a cabo estos ensayos usando compuestos aromáticos de bromo puesto que el bromo es eficaz a concentraciones más bajas que el cloro.

- En los siguientes ejemplos, se determina mediante el siguiente procedimiento de ensayo la "propensión a arder" de cada una de las fibras. Se usa filamentos discontinuos de 10, 12 cm de 15 denier nominales por filamento, preparados mediante el procedimiento del ejemplo I, y se los trata formando un hilo para alfombra de 2 elementos de 50 filamentos (cuenta Filadelfia) de 1,61 m/g. Se empenacha entonces el hilo en alfombras que tienen una altura de pelo de 1,59 cm. Estas alfombras están provistas de tiras de una anchura de 2,54 cm de las fibras a las cuales se desea ensayar, separadas por tiras de lana de 8,47 mm de anchura. Mediante látex sintético se fija a cada muestra un dorso de yute secundario después de lo cual se cura la muestra en un horno a 121°C durante 20 min. Después de enfriar, se dispone la muestra de ensayo

336298



- en un área libre de corriente de aire, en posición horizontal, sobre una base de madera para reducir al mínimo la transferencia de calor. Se dispone dos gotas de benceno sobre la cara de la alfombra a por lo menos 3,81
5. cm de cualquier corte de la alfombra. Se inflama de inmediato el benceno con un fósforo y se deja quemar libremente. El benceno inflama al pelo de la alfombra y luego se acorta rápidamente por combustión mientras sigue quemándose la alfombra. Una muestra "autoextinguible" se
10. apagará por lo general dentro de 1 min, mientras que una muestra "que arde" continuará quemando, sin atenuarse, hasta que se consume la alfombra completa. Para determinar la propensión a arder que esta construcción de alfombra, se ensaya por lo menos 20 alfombras idénticas en la
15. manera descrita más arriba y el porcentaje clasificado como "se quema" es indicado como "propensión de la alfombra a arder". Para determinar la propensión a arder que tiene la fibra, se determina la propensión a arder de la alfombra para por lo menos cuatro pesos diferentes de alfombra y puntadas centímetro (aunque todas tienen la misma
20. altura de pelo que 1,59 cm) y se traza como succión del peso de la carpeta. El valor sobre la curva suave que se adapta a estos puntos para una alfombra "normal" de 1,25 kg/m<sup>2</sup> o 2,2 puntadas/cm, se indica como "propensión de la fibra a arder" o "propensión a arder".
- 25.

### EJEMPLO III

- Se ensaya fibras producidas de acuerdo con el ejemplo I sin ningún aditivo, y se comprueba que tienen una propensión a arder de 95. Para establecer líneas de
30. guía y una base para comparaciones, se obtiene fibras

336298



acrílicas y mezclas de fibras acrílicas que se usan co  
mercialmente para construir alfombras acrílicas "retar  
dadoras de fuego", y con ellas se produce alfombras.  
En la tabla III se indica las propensiones de estas fi  
bras a arder.

5.

TABLA III

Fibras usadas	Análisis químico				Propensión de la fibra a arder
	%Cl	%SB <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%Br	%P	
70% Creslan <sup>®</sup> 30% Bright Verel <sup>®</sup>	8,6				70
70% Creslan <sup>®</sup> 30% Dull Verel <sup>®</sup>	8,1	0,63			25
Acrilan <sup>®</sup> 41-S	6,5	1,6			40
Orlon <sup>®</sup> 33			4,2	0,30	

Creslan<sup>®</sup> = Denominación comercial, fibra acrílica de American Cyanamid Company.

Verel<sup>®</sup> = Denominación comercial, fibra acrílica mo  
dificada de Eastman Kodak.

Acrilan<sup>®</sup> = Denominación comercial, fibra acrílica de Monsanto Company.

Orlon<sup>®</sup> = Denominación comercial, fibra acrílica de E. I. Du Pont Company.

De esta obtención de muestras, surge que las pro  
pensiones a arder que son aproximadamente inferiores a  
50 pueden competir con las fibras acrílicas y mezclas  
de fibras comercialmente en uso para producir alfombras  
mientras que las propensiones a arder que son aproximada  
mente inferiores a 20 representan un producto superior  
desde el punto de vista de las propiedades retardadoras  
de fuego.

10.

- 14 -  
336298



EJEMPLO IV

5. Mediante el procedimiento del Ejemplo I se prepara fibras que contienen hexabromobenceno y trióxido de antimonio u óxido de tribencilfosfina. Con estas fibras, ya sea solas o mezcladas con fibras similares sin aditivos, se produce hilos y se los ensaya con respecto a su propensión a arder, mediante el siguiente ensayo. En las Tablas IV y V se indica los resultados así obtenidos.

TABLA IV

Aditivo hexabromobenceno y trióxido de antimonio

<u>%Br</u>	<u>%Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub></u>	<u>% Aditivo</u>	<u>Propensión a arder</u>
3,6	1,1	5,2	0
3,5	1,2	5,2	7,5
3,2	0,84	4,5	8,5
2,9	0,86	4,2	15
2,7	0,95	4,1	30
2,3	0,95	3,6	57
1,9	1,3	3,5	70

TABLA V

Aditivo hexabromobenceno y óxido de tribencilfosfina

<u>%Br</u>	<u>%P</u>	<u>% Aditivo</u>	<u>Propensión a arder</u>
3,5	0,17	5,8	0
2,8	0,26	5,9	0
2,6	0,22	5,3	8
1,8	0,14	3,5	37,5
1,5	0,08	2,6	85
1,2	0,11	2,5	33
0,9	0,07	1,8	85



336298

- De acuerdo con las precedentes Tablas, resulta evidente que se puede producir fibras, que tienen características retardadoras de fuego o autoextinguibles que son superiores a fibras comercialmente disponibles, mediante el uso de concentraciones relativamente bajas de los aditivos de la presente invención. Estas Tablas muestran también la mayor eficacia de los compuestos de fosfina orgánica cuando se los compara con compuestos de óxido de antimonio como sinergistas cuando se los usa con compuestos aromáticos de bromo.
- 5.
- 10.
- Para que sean útiles, los aditivos retardadores de fuego deben comunicar no sólo características eficaces de retardo de fuego o de autoextinción a las fibras, sino que no deben afectar adversamente a cualquiera de las otras propiedades que son importantes en aplicaciones textiles. Los siguientes ejemplos sirven para demostrar la superioridad de la presente invención con respecto a otros aditivos retardadores de fuego anteriormente conocidos que se consideraban como útiles para tratar fibras de polímeros de acrilonitrilo.
- 15.
- 20.
- EJEMPLO V
- Mediante el procedimiento del Ejemplo I se preparan fibras que contienen (A) 8,8 % de hexabromo benceno y 3,3 % de trióxido de antimonio o (B) 7,0 % de pentabromoclorociclohexano y 2,2 % de trióxido de antimonio.
- 25.
- Con estas fibras se produce hilos para alfombras en mezcla con (C) fibras similares sin aditivos, y se los ensaya con respecto a la estabilidad a la radiación ultravioleta como hilos teñidos y no teñidos cuando se los expone a un Fade-O-Meter a arco de carbón (Atlas Electric).
- 30.

3362981



Se clasifica la estabilidad de acuerdo con el Standard AATCC Test 16-1964T. Con estos hilos se produce alfombras y se las ensaya con respecto a la propensión a arder. En la tabla VI se indica los análisis de las fibras y los resultados de los ensayos.

TABLA VI

Fibra	Análisis químico de fibras			Propensión a arder	Estabilidad a los ultravioletas (1)		
	%Br	%Cl	%Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		Sin teñir	Colorante α	Colorante β
40%A 60%C	3,0		1,1	7	4	4	4
30%A 70%C	2,3		0,80	30	4	5	5
40%B 60%C	2,2	0,2	0,71	40	3	3	3
30%B 70%C	1,7	0,2	0,54	71	4	3	3

La fibra A contiene 8,8% de hexabromobenceno + 3,3% de trióxido de antimonio.

La fibra B contiene 7,0% de pentabromomonoclorociclohexano + 2,2% de trióxido de antimonio.

La fibra C no contiene aditivo.

Colorante α significa teñido con 2% de Secron Blue 29

Colorante β significa teñido con 1% de Calcosyn Sapphire Blue 295

1) Las clasificaciones de estabilidad se refieren a la cantidad de horas de exposición que se necesita para producir un cambio apreciable en el color de la muestra, de acuerdo con lo siguiente:

- 5 = 40 hr (buena)
- 4 = 20 hr (regularmente buena)
- 3 = 10 hr (regular)
- 2 = 5 hr (pobre)

31 DE 1967

336298



TABLA VII

Aditivo	Aditivo en las fibras trata- das	Fibras tra- tadas en la mezcla	Análisis de la mezcla		Propen- sión a arder
			%Br	%Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
Tris(2,3-dibromopropil) fosfato	6,4 %	100 %			
Hexabromobenceno + Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,3 %	37 %	3,1	0,4	3,5
Hexabromobenceno + Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,4 %	29 %	3,2	0,84	8,5
Hexabromobenceno + Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20,0 %	20 %	3,2	0,65	5,0
Nada	- -	-	-	-	95,0

Estos ensayos demuestran que ambos aditivos producen propiedades útiles retardadoras de fuego en las fibras, pero el hexabromobenceno más trióxido de antimonio es considerablemente superior al pentabromomonoclorociclohexano más trióxido de antimonio en lo que se refiere a la resistencia al cambio de color por exposición a luz. En consecuencia, el haluro aromático resulta inesperadamente superior al haluro cicloalifático estrechamente relacionado, en lo que se refiere a esta importante propiedad de fijeza a la luz de las fibras que los contienen.

EJEMPLO VI

Usando el procedimiento del Ejemplo I, se hilan fibras que contienen (a) diversos niveles de hexabromobenceno y trióxido de antimonio, o (b) tris(2,3-dibromopropil) fosfato. Con estas fibras, ya sea solas o mezcladas con fibras similares libres de aditivo, se produce telas de alfombra y se las monta, como tiras alternadas, sobre



336208

31

el piso de un salón que tiene un tránsito muy intenso a pié. Después de 2500 pasadas, se limpia las alfombras con una aspiradora y se las examina visualmente con respecto a diferencias en la propensión a ensuciarse. Las carpetas

5. que contienen el tris(2,3-dibromopropil) fosfato están extremadamente sucias con relación a las muestras testigo que están limpias de aditivo, mientras que las alfombras que contienen hexabromobenceno y trióxido de antimonio aparecen menos sucias que las muestras testigos. Después de cada 2500 pasadas adicionales (hasta el término del ensayo para 10.000 pasadas), se hacen más pronunciadas estas diferencias en las propensiones a ensuciarse que tienen las muestras. En la Tabla VII se indica datos sobre las muestras ensayadas.

15. En resumen, la Patente de Invención que se solicita, recaerá sobre las siguientes:

N O T A

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica, con fecha 17

25. de febrero de 1966, No. 528.090; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO

30. PARA PREPARAR ARTICULOS CONFORMADOS DE POLIACRILONITRILLO";

- 19 -  
336298

31



caracterizándose por lo siguiente:

- 1ª.- "Procedimiento para preparar artículos conformados de poliacrilonitrilo", a partir de una solución del mismo, caracterizado porque comprende dispersar en dicha solución, suficiente cantidad de una mezcla de (a) un compuesto aromático bromado o compuesto aromático clorado sólido, de alto punto de fusión e insoluble en agua, y (b) un compuesto de fosfina orgánica o compuesto de óxido de antimonio sólido, de alto punto de fusión e insoluble en agua, para producir características de resistencia al fuego o autoextinción eficaces a los artículos conformados producidos con los mismos.

- 2ª.- "Procedimiento para preparar artículos conformados de poliacrilonitrilo", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

31 ENE. 1967

AMERICAN CYANAMID COMPANY

J. GONZÁLEZ Y FRODIT  
p. p. Firmado: A. GARCIA BRAVO