

373272

373272



22 OCT. 1969

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLAS. D-01
NUM. DE F.

P A T E N T E   D E   I N T R O D U C C I O N

a favor de:

LA SEDA DE BARCELONA, S.A. - de nacionalidad española -  
domiciliada en BARCELONA, Av. José Antonio, 654.

por:

"Procedimiento para la obtención de productos moldeados  
de celulosa regenerada de reducida inflamabilidad".

-----:oOo:-----

M e m o r i a   d e s c r i p t i v a

La presente patente se refiere a un procedimiento para la obtención de productos moldeados de celulosa regenerada de reducida inflamabilidad.

La expresión "productos moldeados de celulosa rege-



373272

22 OCT. 1969

nerada" se entenderá que comprende fibras, filamentos, hilos y películas, así como los géneros elaborados a partir de ellos, por ejemplo los textiles tales como tejidos y calcetería, y los productos que contienen fibra celulósica regenerada, tales como el papel y el cartón, los tableros fibrosos, etc.

Según el procedimiento de la presente patente se obtienen productos moldeados de celulosa regenerada de reducida inflamabilidad, incorporando a los mismos fósforo rojo en una proporción de un 1 a 25% en peso, basado en la celulosa.

Los productos obtenidos según el procedimiento de la presente patente gozan de la ventaja sobre los productos ya conocidos de reducida inflamabilidad, de que con cantidades iguales de agente retardador de la combustión, su inflamabilidad se reduce mucho más considerablemente.

Otra ventaja de los productos obtenidos según el procedimiento de esta patente, es que el fósforo rojo es un compuesto muy estable que no se elimina por lavado y que no se descompone por influencia de la humedad, oxígeno y otros agentes.

Una ventaja adicional es que en caso de incendio el fósforo rojo no presenta el riesgo de formación de gases tóxicos como por ejemplo el de muchas substancias halogenadas de baja inflamabilidad. Por otra parte, el fósforo rojo tiene la ventaja respecto a otros agentes retardadores de la combustión de no tener apenas olor y de no irritar la piel cuando está incorporado por ejemplo en materiales textiles para vestir.

La incorporación del fósforo rojo a los productos

373272

22 OCT. 1969



moldeadas de celulosa regenerada puede llevarse a cabo por  
impregnación de los mismos con una suspensión acuosa de  
fósforo rojo, seguida de un secaje. También pueden tratarse  
con una resina o un pre-condensado de la misma que contenga  
5 fósforo rojo, ya sean las fibras o los productos moldeados  
acabados, como el papel, cartón, etc. Alternadamente,  
una masa de fibras de celulosa regenerada puede mezclarse  
con fósforo rojo, ya sea puro o mezclado con una resina  
sintética en polvo, seguido de compresión de la masa en  
10 hojas.

El procedimiento de la presente patente tiene particular  
importancia en la obtención de productos de celulosa  
regenerada provistos de fósforo rojo incorporado en  
su masa. Para ello, el fósforo rojo puede mezclarse con  
15 la viscosa sin que se observe ninguna influencia desfavorable  
en el proceso de moldeo. De esta forma se obtienen unos  
productos en los que el fósforo rojo se encuentra uniformemente  
distribuido en su masa.

La fabricación de estos productos en forma de hilos  
20 o de fibras es particularmente favorable si se emplea un  
fósforo rojo cuyo tamaño de partícula no sea superior a  
5 micrones. En la fabricación de películas de celulosa  
regenerada el tamaño de partícula del fósforo rojo es menos  
crítico.

25 Cuando se aplica de esta forma, el fósforo rojo  
tiene la ventaja de que es enteramente inerte a la celulosa  
y a los otros componentes de la viscosa, y que para los  
fines de obtener el efecto deseado puede usarse en una  
cantidad considerablemente menor que las sustancias normalmente  
30 aplicadas para reducir la inflamabilidad. Una canti-

22 OCT. 1969



dad tan pequeña como un 1% en peso (basado en la celulosa) ya da lugar a una reducción considerable de la inflamabilidad del producto hilado, mientras que las sustancias convencionales deben usarse en cantidades apreciablemente considerables para que sean efectivas.

En la celulosa regenerada el fósforo rojo obra de forma parecida a un pigmento y no puede ser eliminado del producto por lavado o por otras influencias externas. El fósforo rojo no tiene un olor desagradable u otras características molestas y, además, es relativamente barato. Se ha encontrado que, sorprendentemente, el fósforo rojo no posee influencia apreciable en el proceso de hilar y, más particularmente, no conduce a una contaminación del baño de hilar o de los aparatos de hilatura o a una obturación de las hileras.

Aunque el uso de fósforo rojo en una cantidad de sólo un 1% en peso (basado en la celulosa) conduce a una considerable reducción de la inflamabilidad de la celulosa regenerada, es ventajoso usarlo en cantidades comprendidas entre un 3 y un 8% en peso. Si se desea usar la celulosa regenerada en ausencia de otro tipo de celulosa, entonces no ha lugar el uso de fósforo rojo en una cantidad superior a un 10% en peso, ya que el efecto óptimo se logra ya con porcentajes menores.

Pero si se desea usar fibras de celulosa regenerada que contengan fósforo rojo con fibras celulósicas distintas, entonces es útil la aplicación de un contenido superior de fósforo rojo. En este caso el contenido de fósforo rojo, que será superior a un 1%, deberá escogerse basándose en el contenido total de celulosa de la mezcla de fibras.

373972

22 OCT. 1969



5           Fibras de rayón con un elevado contenido, por ejemplo un 25 % en peso, de fósforo rojo pueden mezclarse ventajosamente con fibras de lana o desperdicios de lana, por ejemplo. La mezcla resultante se puede elaborar en cartón duro, cartón comprimido o láminas de fibras de inflamabilidad fuertemente reducida, con tal de que el contenido en fósforo rojo sea mayor que el 1% en peso, por ejemplo, de 1 a 10 % en peso, calculado sobre la cantidad total de celulosa.

10           No es necesario que los productos textiles o películas ininflamables estén hechos exclusivamente de celulosa regenerada. Las estructuras fibrosas pueden también contener fibras diferentes por ejemplo fibras naturales tales como la lana o pelo, o fibras minerales, como el asbesto o las fibras de vidrio, o también, pueden contener fibras totalmente sintéticas como las consistentes de poliamidas, poliésteres como el poli(tereftalato de etileno), poliolefinas como el polietileno o polipropileno, polímeros que contienen halógenos como el cloruro de polivinilo, etc.

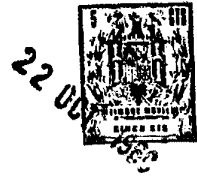
15           totalmente sintéticas como las consistentes de poliamidas, poliésteres como el poli(tereftalato de etileno), poliolefinas como el polietileno o polipropileno, polímeros que contienen halógenos como el cloruro de polivinilo, etc.

20           Además, los productos obtenidos según el procedimiento de esta patente pueden contener otros aditivos tales como pigmentos, cargas, aglutinantes, antioxidantes, hidrófugos, etc.

25           Los hilos continuos de rayón obtenidos según el procedimiento de la presente patente son particularmente apropiados para servir como material de refuerzo en correas conductoras que se usan en sitios sujetos a incendios fortuitos, como por ejemplo las minas de carbón.

30           Debe aclararse que debido al contenido de fósforo en los productos obtenidos según el procedimiento de esta

373272



patente, estos presentan un color marrón rojizo. Sin embargo para un gran número de aplicaciones ello no supone un problema.

5 Para vestidos o tapicería esta coloración puede considerarse como un inconveniente. Pero si los productos acabados han de tener un aspecto relativamente obscuro la desventaja no es seria. No obstante, si los productos han de tener un color muy claro, el color marrón rojizo debe enmascararse, por ejemplo, escogiendo un tejido de construcción tal que los hilos libres de fósforo estén sobre la parte exterior del tejido y los hilos que contiene fósforo están en el interior.

10 El procedimiento de la presente patente se describe en los siguientes ejemplos.

15 Ejemplo 1

Se preparó una viscosa que contenía un 7,3% en peso de celulosa, un 5,5% en peso de hidróxido sódico y un 36,3% en peso de sulfuro de carbono (basado en la celulosa). La viscosa se dividió en varias partes a las cuales, según se describe más abajo, se les añadió cantidades variables de fósforo rojo.

20 Una suspensión en agua de un 15% de fósforo rojo se molió, en un molino de discos, a fósforo de un tamaño de partícula inferior a 3  $\mu$ . Se permitió que la suspensión reposara durante algún tiempo, después de lo cual partes de las partículas de fósforo se sedimentaron. La capa clara flotante se sifonó, después de lo cual se añadió a la viscosa la cantidad deseada de la suspensión de fósforo con agitación.

30 Se expulsó la viscosa a través de una hilera pro-

373272

22 OCT. 1959



5 vista de 1000 orificios, cada uno de ellos de 50  $\mu$  de diámetro, en un baño de hilatura que contenía un 4,7% en peso de ácido sulfúrico, un 13% en peso de sulfato sódico y un 4,5% en peso de sulfato de zinc. La temperatura del baño era de 53°C.

El hilo obtenido, que tenía un título de aproximadamente 1650 den., se lavó y secó de manera usual y luego se elaboró en un género de punto.

10 La inflamabilidad de las muestras textiles se ensayó con ayuda de un aparato que se representa esquemáticamente en el dibujo adjunto. Dos tiras metálicas idénticas semicirculares 1 y 2, de diámetro 16 cm, están montadas verticalmente en disposición paralela y separadas aproximadamente 4 cm. de una placa base, (no dibujada). Una pieza del material textil 3 (dibujada parcialmente) se estira sobre la circunferencia exterior de las tiras 1 y 2 con ayuda de pequeñas agujas 4 fijadas sobre las tiras 1 y 2. El extremo 5 de la pieza de material textil 3 se enciende mediante un mechero (no dibujado) cuya altura de llama es de 20 mm.

20 La llama se separa pasados 5 segundos. La velocidad de combustión se determina con ayuda de hilos 6 estirados sobre las agujas 4 a intervalos de 30°, estos hilos se funden o queman prontamente, y sobre ellos se ha hecho un contacto eléctrico (no dibujado). De esta forma, se obtiene un registro de los momentos en que la llama alcanza los sucesivos hilos 6.

25 Es evidente que empezando por el extremo 5 la llama correrá sobre la pieza de material textil 3 a una velocidad gradualmente decreciente. En 5 la llama avanzará en dirección ascendente, luego seguirá en una dirección aproximada-  
30 mente horizontal y, finalmente, si no se ha apagado antes,

373272

22 OCT 1969



avanzará hacia abajo.

Las muestras del género de punto antes mencionado contenían respectivamente 0, 1, 2, 3, 5, 7 y 10% de fósforo rojo. Los resultados de los ensayos de inflamabilidad se han recopilado en la siguiente tabla, los guiones indican que no se inflamó o que la llama se extinguió.

T A B L A

Contenido de fósforo %	Peso del género de punto g/m <sup>2</sup>	Tiempo de combustión en segundos					
		30 <sup>o</sup>	60 <sup>o</sup>	90 <sup>o</sup>	120 <sup>o</sup>	150 <sup>o</sup>	180 <sup>o</sup>
0	370	16	25	48	108	313	460
1	500	18	33	54	127	-	-
2	500	20	40	62	-	-	-
3	500	-	-	-	-	-	-
5	500	-	-	-	-	-	-
7	500	-	-	-	-	-	-
10	340	-	-	-	-	-	-

Con un contenido de fósforo de un 3% o superior el género de punto no arde.

Ejemplo II

El método del Ejemplo I se aplicó para la fabricación de dos cantidades, A y B, de hilos de rayón que contenían un 0% y un 14% respectivamente de fósforo rojo.

Los hilos obtenidos se cortaron en fibra discontinua de unos 4mm, aproximadamente, de longitud. Las fibras se mezclaron en diferentes proporciones, después de lo cual con dichas mezclas se formaron hojas por suspensión en agua y subsiguiente filtración de la suspensión. Las hojas obtenidas se secaron obteniéndose un producto pa-

373272



rolem.

5 Se inflamó el producto mediante una cerilla y se quemó rápidamente cuando estaba enteramente constituido por fibras de tipo A. Cuando contenía un 10% de fibras de tipo B (el contenido promedio de fósforo era aproximadamente de 1,4%), el producto ardía difícilmente, dejando de arder después de separar la cerilla. Cuando el producto contenía fibras tipo B en una cantidad superior a un 20%, el producto no ardió.

10 Ejemplo III

Una tira de cartón comprimido que medía 3x20x2 cm. se impregnó en una suspensión acuosa de fósforo rojo. Después de secar, se comprobó que la tira había tomado fósforo rojo en una cantidad de un 3%. La tira pudo calentarse al rojo en la llama de un mechero Bunsen sin que entrara en ignición, aunque se carbonizó ligeramente. La tira no ardió después de separarla de la llama. Una tira del mismo material sin haber sido tratado con fósforo podía inflamarse con una cerilla y arder rápidamente. Después de haber sido extinguida la llama, la tira ardía lentamente y se reavivaba la llama si se exponía la tira a una ligera corriente de aire. La tira tratada con fósforo no podía ser inflamada.

25

N O T A

Se reivindica como objeto de esta patente;

1.- Procedimiento para la obtención de productos moldeados de celulosa regenerada de reducida inflamabilidad caracterizado por incorporar a dichos productos fósforo ro-



jo en una cantidad de un 1 a un 25% en peso, basado en la celulosa, preferiblemente en una cantidad de 3 a 10% en peso.

5 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la incorporación tiene lugar tratando los productos con una suspensión acuosa de fósforo rojo.

10 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la incorporación tiene lugar tratando los productos con una resina o un pre-condensado de ésta, que contengan fósforo rojo.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado en que el fósforo rojo se distribuye homogéneamente.

15 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado en que una viscosa que contiene de 1 a 25% en peso de fósforo rojo finamente dividido, basado en el contenido de celulosa, se hila de forma en sí conocida en hilos o películas.

20 6.- Procedimiento según la reivindicación 5 caracterizado en que el fósforo que contiene la viscosa, tiene un tamaño de partícula substancialmente inferior a 5 micrones.

25 7.- Procedimiento para la obtención de productos moldeados de celulosa regenerada de reducida inflamabilidad.

Esta memoria consta de diez páginas escritas por una sola cara.

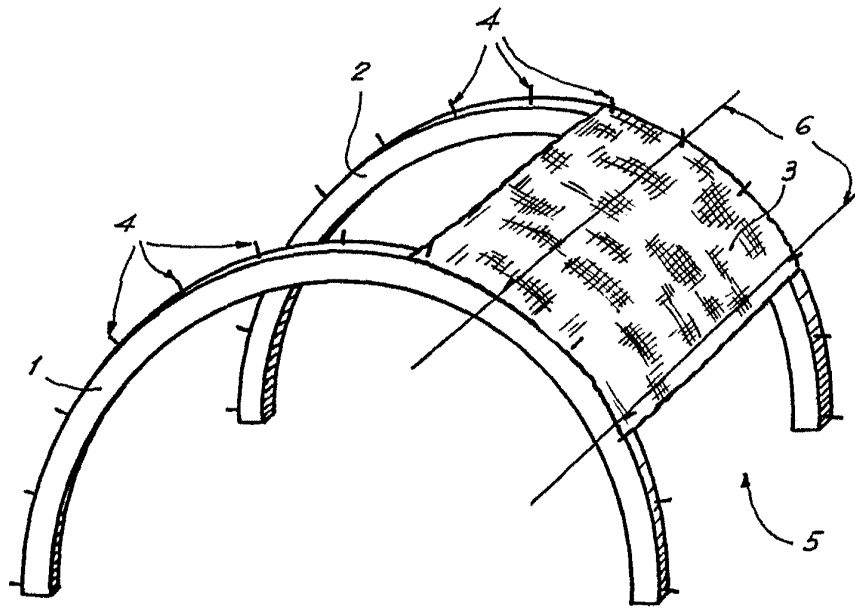
Barcelona, 22 de octubre de 1969

P.A.

LSB 132-AKU 1210



22 OCT. 1969



...A. J. ORZACÓN.