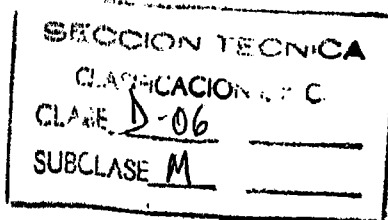


CAS 6626/E



374625

P A T E N T E

D E

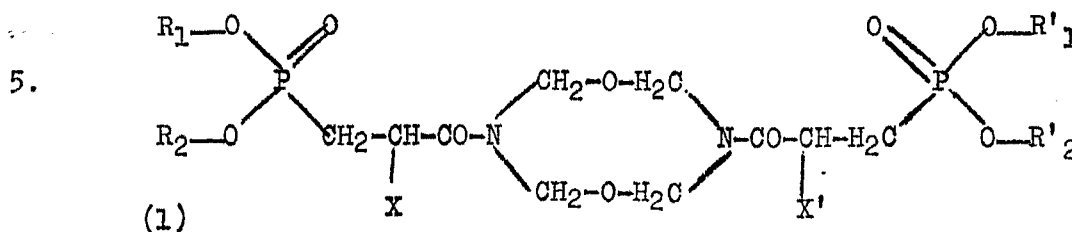
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA INCOMBUSTIBILIZACION Y EL ANTIARRUGAMIENTO DE MATERIALES DE FIBRA CELULOSICOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento son compuestos de fósforo heterocíclicos con un heterociclo provisto de 8 miembros cíclicos, de la fórmula



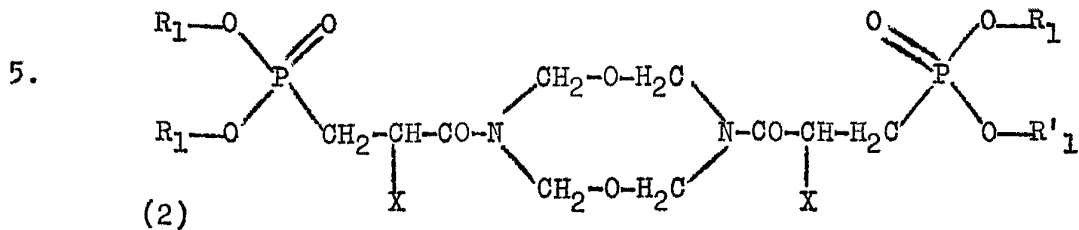
donde

10. R₁, R₂, R'₁ y R'₂ denotan cada uno un radical alquílico, halogenalquílico o alquenílico con 4 átomos de carbono a lo sumo cada uno;
- miontras que
- X y X' denotan cada uno un radical metílico o, pre-



forontemento, un átomo de hidrógeno.

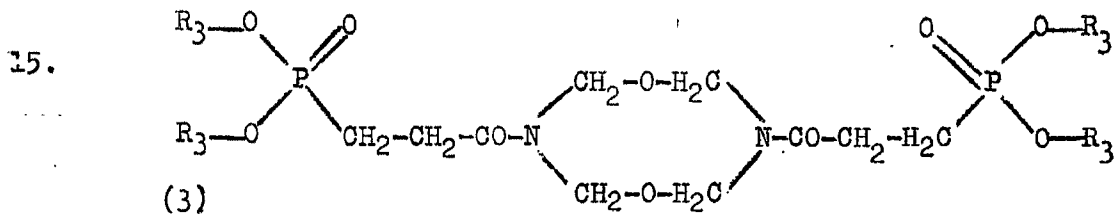
Se profieren los compuestos de fósforo simétricos de la fórmula



donde

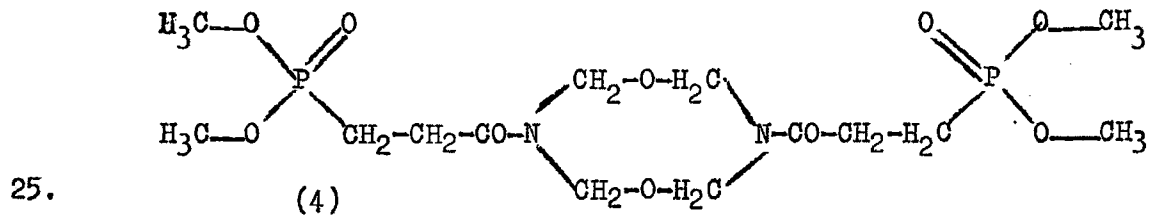
10. R_1 y X tienen el significado que ya se les ha atribuido.

Particular interés presentan los compuestos de fósforo de la fórmula



donde

20. R_3 denota un radical metílico o etílico. Se ha revelado sobre todo valioso el compuesto de fósforo de la fórmula



Los compuestos de fósforo de la fórmula (1) se preparan convenientemente haciendo reaccionar a temperatura elevada:

30. a) 2 moles a lo menos de una amida de ácido fosfonocarboxílico de la fórmula

374625A =

374625



donde

R_3 denota un radical metílico o etílico.

Para la preparación del compuesto de la fórmula (1), especialmente idóneo, se emplea la amida de ácido

5. 3-(dimetil-fosfeno)-propiónico.

La reacción se lleva a cabo con ventaja a temperatura elevada, de preferencia a temperatura de 80 a 150° C. En calidad de catalizadores ácidos que son necesarios para esta reacción, se emplean los agentes desdobladores de agua usuales, como por ejemplo, el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico o, en particular, el ácido p-toluenosulfónico. En ciertos casos resulta favorable llevar a cabo la reacción en presencia de un disolvente inerte respecto a los componentes de la reacción, como, por ejemplo, benceno, tolueno, xileno o metanol. Por otra parte, la reacción puede efectuarse también en la fusión, es decir, sin disolvente.

10.

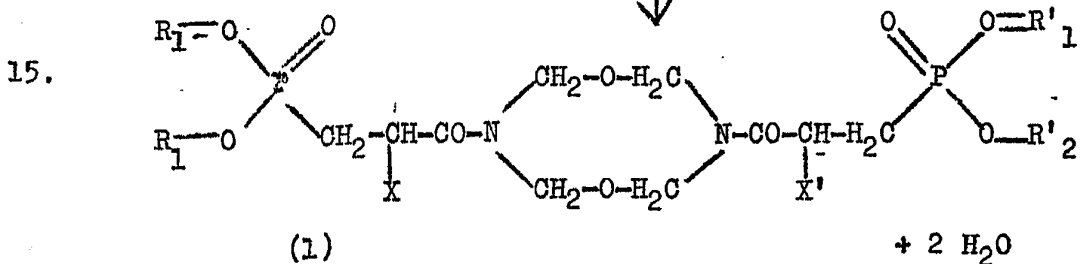
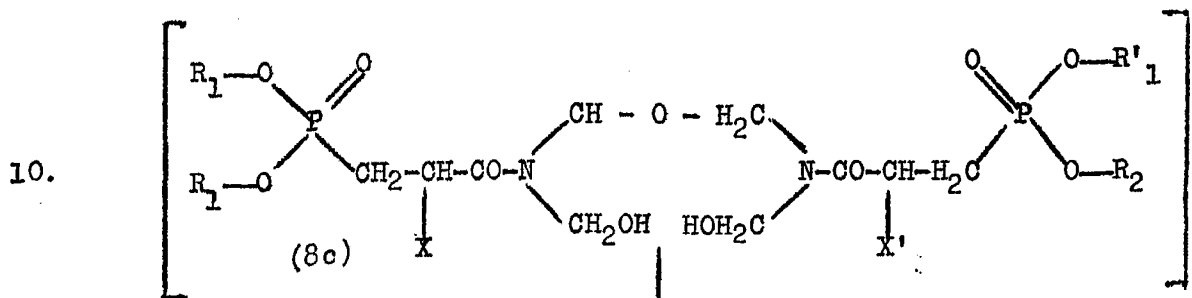
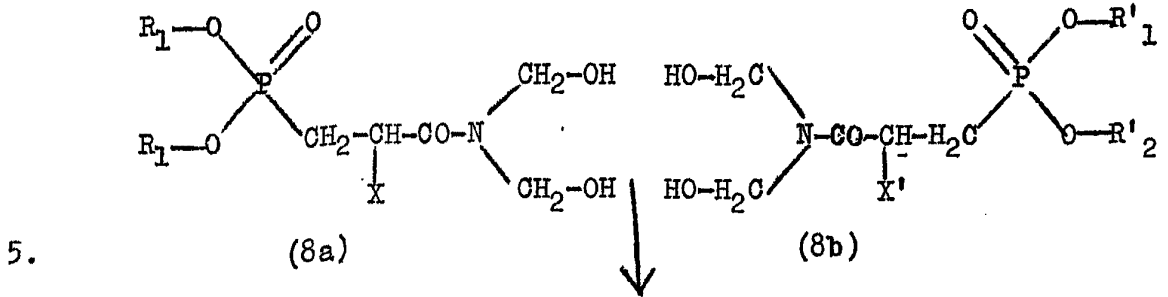
15.

20.

Las amidas de ácido fosfonocarboxílico de la fórmula (5) empleadas para la preparación de los compuestos de fósforo de las fórmulas (1) a (4) son ya conocidas y pueden prepararse por métodos conocidos.

La reacción de las amidas de ácido fosfonocarboxílico de la fórmula (5) con formaldehído transcurre verosímilmente pasando por dos o eventualmente tres etapas, en las cuales estas amidas de ácido fosfonocarboxílico se dimetilolan primeramente en el átomo de amidonitrógeno y luego dos moléculas de estos compuestos dimetilólicos forman, con desdoblamiento de agua, un heterociclo de ocho miembros:

= 5 =
374625



20. Para la preparación de los compuestos de fósforo de las fórmulas (1) a (4) puede procederse también partiendo de 2 moles de los compuestos dimetilolados de la fórmula (5), disolviendo éstos en un disolvente orgánico inerte y realizando a temperatura elevada, en presencia de un catalizador ácido, el cierre del anillo entre cada 2 moléculas de los compuestos dimetilólicos, con desdoblamiento de agua.

25.

30. El invento atañe también a un procedimiento para la incombustibilización y el antiarrugamiento de materiales de fibra celulósica, que se caracteriza por aplicarse a estos materiales una preparación acuosa que contiene

3
=6=
374625



a lo menos un compuesto de fósforo de una de las fórmulas (1) a (4) y eventualmente un precondensado aminoplástico endurecible, secarse a continuación los materiales y somérselos a un tratamiento a temperatura elevada.

5. Para la incombustibilización y el antiarrugamiento del material textil celulósico, se emplean especialmente los compuestos de fósforo de la fórmula (1). Los compuestos de fósforo de las fórmulas (2) y (3) gozan de preferencia, y el procedimiento para la incombustibilización y el antiarrugamiento tiene interés muy especial cuando se emplea el compuesto de la fórmula (4).

10. Es ventajoso que el pH de las preparaciones acuosas que contienen los compuestos de la fórmula (1) sea inferior a 5, y en particular inferior a 3. Para lograr esto, se añaden a la preparación ácidos minerales fuertes como el ácido sulfúrico, el ácido nítrico, el ácido ortofosfórico o el ácido clorhídrico. En lugar de los propios ácidos, y en particular del ácido clorhídrico, pueden emplearse también compuestos de los que los ácidos respectivos se forman en el agua con facilidad (por ejemplo, aún sin calentamiento), por hidrólisis. Como ejemplos cabe señalar aquí el tricloruro de fósforo, el pentacloruro de fósforo, el oxiclорuro de fósforo, el cloruro de tionilo, el cloruro de sulfurilo, el cloruro de triclanógeno, el cloruro de acetilo y el cloruro de cloroacetilo.
15. Estos compuestos dan en la hidrólisis productos de escisión exclusivamente ácidos (por ejemplo, ácido cianúrico y ácido clorhídrico). Puede ser pues ventajoso agregar, en lugar de uno de los ácidos fuertes que se han citado, las mezclas de ácido correspondientes a los productos de
- 20.
- 25.
- 30.

374625



hidrólisis de uno de los compuestos que acaban de mencionarse, o sea, por ejemplo, en lugar del ácido clorhídrico o del ácido ortofosfórico solos, una mezcla de ácido clorhídrico y ácido ortofosfórico (de conveniencia en la proporción molecular de 5 : 1) que corresponde al pentacloruro de fósforo.

Las preparaciones para la incombustibilización y el antiarrugamiento pueden contener también un catalizador ácido latente para la aceleración del endurecimiento del precondensado aminoplástico eventualmente presente y para la reticulación de los compuestos de la fórmula (1). En calidad de catalizadores ácidos latentes son utilizables los catalizadores conocidos para el endurecimiento de aminoplastos sobre material celulósico; por ejemplo, el cloruro de amonio, el dihidro-ortofosfato de amonio, el cloruro de magnesio, el nitrato de zinc, etcétera.

Además de los compuestos de la fórmula (1) y de los aditivos necesarios para el ajuste del pH, las preparaciones utilizables según este invento pueden contener todavía otras materias. La adición de precondensados aminoplásticos es ventajoso para lograr un buen apresto incombustibilizante resistente al lavado, pero no resulta necesaria.

Por precondensados aminoplásticos se entienden los productos de adición de formaldehído a nitrógeno motilolables. Cabe señalar las 1,3,5-ámino-triacinas, como las melaminas N-sustituídas (por ejemplo, la N-butilmelamina), las N-trihalogen-motilmelaminas, lo mismo que la amolina, las guanaminas (por ejemplo, la benzoguan-

374625



- mina, o la acetoguanamina) o también las diguanaminas. Entran además en cuenta: las alquil- o aril-ureas y -tiourcas, las alquilen-uroas o -diuroas (por ejemplo, otilonurea, propilonurea o acetilendiurea) o en particular la 4,5-dihidroxiimidazolidona-2 y los derivados de ella (por ejemplo, la 4,5-dihidroxiimidazolidona-2 substituída en la posición 4 junto al grupo hidroxílico con el radical $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{OH}$. Se emplean con preferencia los compuestos metilólicos de una urea, de una otilonurea o de la melamina. Los productos más valiosos resultan por lo general de productos de la mayor metilación posible. En calidad de precondensados aminoplásticos son aptos tanto los aminoplastos precondensados predominantemente monomoleculares como los más altos.
5. También los éteres de estos precondensados aminoplásticos pueden emplearse junto con los compuestos de la fórmula (1). Son ventajosos, por ejemplo, los éteres de alcoholes (como el metanol, el etanol, el n-propanol, el isopropanol y el n-butanol) o los pentanólos.
10. Sin embargo, es conveniente que estos precondensados aminoplásticos sean solubles en agua, como, por ejemplo, el éter dimetílico de pentametilmelamina.
15. También puede ser ventajoso que las preparaciones contengan un copolimorizado, obtenible por polimerización acuosa, de:
20. a) 0,25 a 10 % de una sal alcalinotórrica de un ácido monocarboxílico alfa,beta-etilónicamente insaturado,
- b) 0,25 a 30 % de una N-metilolamida o un N-metilolamidoéter de un ácido monocarboxílico
25. 30.

374625



o dicarboxílico alfa,beta-etilónica-
monto insaturado y

e) 99,5 a 60 % de otro compuesto, a lo menos, copo-
limerizable.

5. Estos copolimerizados y su preparación son igual-
mente conocidos. Con el empleo simultáneo de un copoli-
merizado de esta índole puede influirse favorablemente
en la resistencia al desgarrar y la resistencia al frote
del material fibroso tratado.
10. Otra adición que cabe citar, en muchos casos von-
tajosa, es un aprestanto ablandador, por ejemplo una emul-
sión acuosa de polietileno o de copolimerizado de etileno.
También puede resultar conveniente añadir a las
preparaciones un emulgente (por ejemplo, un emulgente no
ionógeno).
15. El contenido de la preparación acuosa en compues-
to de la fórmula (1) se mide convenientemente de modo que
se aplique del 10 al 28 % al material en tratamiento. En
este punto hay que tener en cuenta que los materiales
20. textiles corrientes en el comercio hechos de celulosa na-
tural o regenerada pueden absorber entre 50 y 120 = de
una preparación acuosa. Normalmente, las preparaciones
acuosas contienen de 100 a 500 g por litro, y preferente-
mente 250 a 400 g por litro, de compuesto de fósforo de
25. la fórmula (1).
La cantidad del aditivo que se necesita para
ajustar la concentración de iones de hidrógeno a un índi-
ce inferior a 5 depende del pH que se elija y de la natu-
raleza del aditivo, por cuanto en ningún caso se puede
30. bajar de cierto mínimo. Por lo general es recomendable



cierto exceso sobre la cantidad mínima. Los excesos grandes no ofrecen ninguna ventaja y pueden incluso resultar perjudiciales.

5. Si se añade todavía a la preparación un polimerizado del tipo que se ha expuesto, es ventajoso que la adición se efectúe en cantidades pequeñas; por ejemplo 1 a 10 % respecto a la cantidad del compuesto de la fórmula (1). Lo mismo cabe decir de un eventual ablandador, para el que las cantidades respectivas pueden ser igualmente de 1 a 10 %.

10. Las preparaciones se aplican a los materiales fibrosos celulósicos (por ejemplo, lino, algodón, seda artificial o lana celulósica) o también a mezclas de fibras de tales materiales y otros, como lana, fibras de poliamida o fibras de poliéster, lo cual puede realizarse de manera ya conocida. De preferencia se actúa con género en piezas y se impregnan éstas en un fulard de la construcción corriente, que se ha cargado con la preparación a la temperatura del ambiente.

15. El material fibroso así impregnado debe luego secarse, lo cual se efectúa convenientemente a temperaturas hasta 100° C. A continuación se le somete a un tratamiento térmico seco, a temperaturas superiores a 100° C (por ejemplo, entre 130 y 200° C y, preferentemente, entre 150 y 180° C), cuya duración puede ser tanto más breve cuanto más alta sea la temperatura. Esta duración del calentamiento es, por ejemplo, de 2 a 6 minutos a temperaturas de 150 a 180° C.

20. Cuando el medio de reacción es fuertemente ácido, resulta conveniente un lavado ulterior con un agen-
- 25.
- 30.

374625



to acceptor de ácido (de preferencia, solución acuosa de carbonato sódico), a temperatura, por ejemplo, de 40° C hasta el punto de ebullición y durante 3 a 10 minutos.

- Como ya se ha indicado, pueden por el procedimiento aquí expuesto obtenerse aprestos ignífugos y antiarrugantes que se conservan en alto grado aún después de lavado repetido o de limpieza química y que no ocasionan ninguna merma intolerable de las propiedades mecánicas textiles del material tratado.
- 5.
10. Una ventaja especial del procedimiento aquí expuesto es el hecho de que los materiales de fibra celulósicos tratados resultan al mismo tiempo ignífugos e inarrugables aún sin el empleo conjunto de precondensados aminoplásticos. En particular, junto con el apresto ignífugo, se mejoran considerablemente las propiedades de arrugamiento en húmedo de los materiales de fibra tratados. Asimismo puede observarse una notable mejora del ángulo de arrugamiento en seco.
- 15.
20. Es además posible incorporar los compuestos de fósforo de la fórmula (1) a la masa para hilar (por ejemplo, de 2 1/2-acetato de celulosa), siempre que presenten solubilidad suficiente en los disolventes orgánicos, como la acetona. La incorporación es simple, la hilatura no ofrece dificultades y los tejidos hechos de este modo adquirieron de modo sencillo protección ignífuga.
- 25.
30. En los ejemplos que siguen, en tanto no se indique otra cosa, los porcentajes y las partes son unidades en peso. Los volúmenes se refieren a las partes en peso como el mililitro al gramo.
- Ejemplo 1

33 = 12 =
374625



5. En un matraz agitador, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro interno, se depositan 181 partes (1 mol) de amida de ácido 3-(dimetilfosfono)-propiónico, 120 partes (4 moles) de paraformaldohido, 700 cc de metanol como disolvente y 0,9 partes de ácido p-toluen-sulfónico como catalizador.

10. Se calienta esta mezcla hasta obullición y se la deja reaccionar así hasta que por medio del cromatograma de capa delgada no puede ya percibirse amida de ácido 3-(dimetilfosfono)-propiónico. Se filtra la mezcla reaccional todavía caliente y se concentra el filtrado en vacío y en baño de María. Queda como producto de la reacción un aceite viscoso, ligeramente amarillento, que puede emplearse sin más purificación. Rendimiento 15. 205 partes = 91,9 % de la teoría.

20. El producto de la reacción corresponde a la fórmula (4). Para purificarlo más, se lo diluye con el mismo volumen de agua. A continuación se extrae durante 72 horas con n-hexano, lo que da principalmente el compuesto de la fórmula (5). Para mayor purificación todavía, se destila el producto de la reacción, con lo cual se recoge la fracción principal entre 252 y 260° C. Por medio de la espectroscopia de masas y la espectroscopia infrarroja puede confirmarse la estructura de la 25. fórmula (4).

De manera análoga pueden depurarse o identificarse también los compuestos de los ejemplos 2 a 7.

Ejemplo 2

30. En un matraz agitador de 500 volúmenes, provisto de refrigerador y termómetro, se calientan a 100° C de

374625



temperatura interna, agitando, 181 partes (1 mol) de amida de ácido 3-(dimetilfosfeno)-propiónico, 123 partes (4 moles de CH_2O) de paraformaldehido al 97,5 % y 0,9 partes de monohidrato de ácido p-toluensulfónico y se mantiene dicha temperatura durante 6 horas. Transcurrido este tiempo, una muestra del producto de la reacción indica en el cromatograma de capa delgada que prácticamente toda la amida de ácido 3-(dimetilfosfeno)-propiónico ha reaccionado. Se enfría hasta 60°C , se añaden 300 partes de metanol y, con agitación rápida, se enfría hasta 15°C . A continuación se filtra para separar el paraformaldehido libre y se elimina el metanol en vacío.

Se obtienen 246 partes de un producto amarillento límpido y poco viscoso, que corresponde a la fórmula (4).

Ejemplo 3

En un matraz agitador de 5000 volúmenes, provisto de refrigerador y termómetro, se agitan durante tres horas a temperatura de reflujo (100°C) 1357,5 partes (7,5 moles) de amida de ácido 3-(dimetilfosfeno)-propiónico, 922,5 partes (30 moles) de paraformaldehido al 97,5 % y 6,75 partes de monohidrato de ácido p-toluensulfónico en 1500 partes de tolueno. A continuación se enfría hasta 60°C , se decanta el tolueno, se añaden 1600 partes de metanol, se enfría hasta 15°C con agitación rápida y se filtra para separar el paraformaldehido libre. Luego se elimina en vacío el metanol.

Se obtienen 1830 partes de un producto amarillento, límpido y poco viscoso, que corresponde a la fórmula (4).

374625



Ejemplo 4

- En un matraz agitador de 500 volúmenes de capacidad, provisto de termómetro y refrigerador de reflujo se mezclan 181 partes (1 mol) de amida de ácido 3-(dimetilfosfono)-propiónico con 96 partes (3 moles) de paraformaldohido al 97,6 % y 0,6 partes de óxido de magnesio y, agitando, se mantiene la temperatura interna a 100° C durante 30 minutos. Transcurrido este tiempo, el contenido de formaldehido combinado es de 48,4 partes, lo que corresponde a una formación de 80 % del compuesto dimetilólico. El -CH₂O total hallado asciende a 90 partes y el CH₂O libre hallado asciende a 41,6 partes.
- A continuación se agregan 6 partes de monohidrato de ácido p-toluensulfónico, se trata a 100° C por 10 horas más y se enfría. El -CH₂O total hallado asciende todavía a 51,5 partes y el CH₂O libre hallado asciende todavía a 30 partes. Por consiguiente, no son ya perceptibles 38,5 partes de CH₂O (a causa del cierre del anillo), lo que corresponde a una formación de 64 % del producto de la fórmula (4).
- Se agita entonces el producto con 250 partes de metanol y se separa por filtración el paraformaldohido sobrante. Para terminar, se elimina el metanol en vacío, a 45° C. El producto de reacción de la fórmula (5) es un jarabe amarillo y límpido, que puede considerarse como sustancia activa al 100 %.

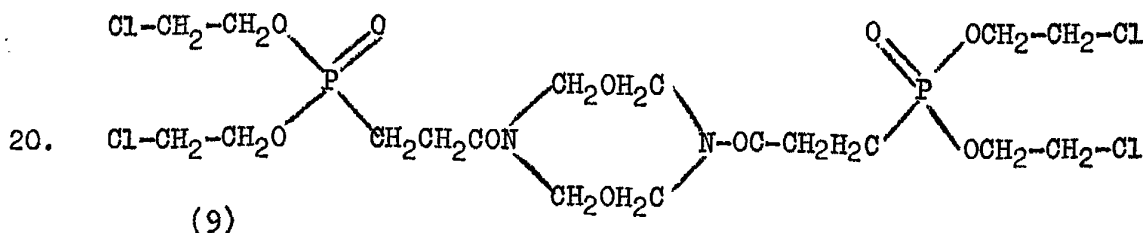
Ejemplo 5

- En un matraz agitador de 200 volúmenes de capacidad, provisto de termómetro y refrigerador de reflujo, se mezclan 139 partes (0,5 moles) de amida de ácido (bis-

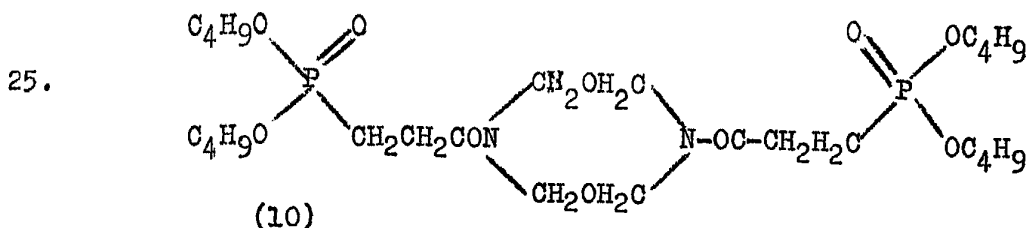
374625



- 2-clorootil)-fosfonopropiónico con 61,5 partes (2 moles) de paraformaldohido al 97,5 % 0,5 partes de monohidrato de ácido p-toluensulfónico y 200 partes de tolueno y se trata la mezcla durante 5 horas a 100° C de temperatura interna. A continuación se enfría, se separa el tolueno y se agita el producto de la reacción con 250 partes de metanol. Se filtra para separar el paraformaldohido sobrante y se elimina el metanol en vacío, a 45° C. En un aparato homogeneizador se lava el residuo en 200 partes de agua y se lo ajusta a pH 6 con 30 partes de solución 2-n de hidróxido sódico. Luego se lo separa de la fase acuosa, se lo vuelve a recoger en metanol y se clarifica por filtración, después de lo cual se vuelve a eliminar en vacío el metanol.
15. Se obtiene un jarabe amarillento que contiene 100 % de substancia activa. Este producto de reacción corresponde a la fórmula



De manera análoga se obtienen los productos de reacción de las fórmulas:



374625

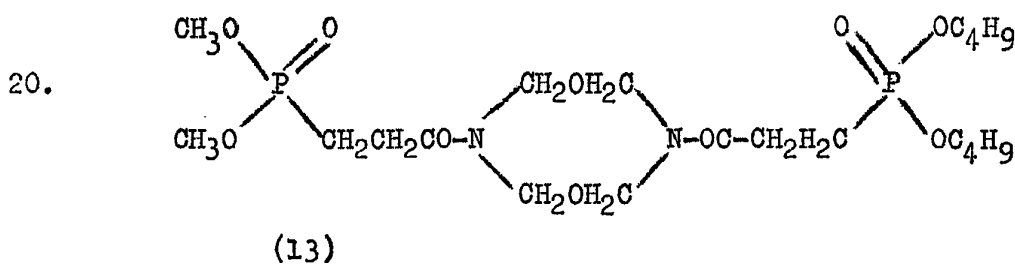


Ejemplo 7

5. En un matraz agitador de 500 volúmenes de capacidad, provisto de termómetro y refrigerador de reflujo, se mezclan 133 partes (0,5 moles) de amida de ácido 3-dibutylfosfonopropiónico, 90,5 partes (0,5 moles) de amida de ácido 3-dimetilfosfonopropiónico, 123 partes (4 moles) de paraformaldohido al 97,5 % y 1 parte de monohidrato de ácido p-toluensulfónico y se trata la mezcla a 100° C de temperatura interna durante 10 horas. A

10. continuación se enfría y se agita el producto de la reacción con 250 partes de metanol, después de lo cual se separa por filtración el paraformaldohido sobrante. Para terminar, se elimina el metanol en vacío y a 45° C. Se obtienen 275 partes de un producto siruposo, que contiene

15. todavía 4 partes de CH₂O total y 5,6 partes de CH₂O libre. El producto es una mezcla que corresponde en su mayor parte a la fórmula (13), pero que además contiene todavía compuestos con -CH₂OH libre:



Ejemplo 8

25. Con uno de los baños acuosos A a D de la tabla I que sigue se fulardea un tejido de algodón. La absorción de líquido asciende al 80 %. Se seca a temperatura de 70 a 80° C y a continuación se endurece durante 4 1/2 minutos a 160° C. Se lava entonces el tejido durante 20

30. minutos y a temperatura de ebullición en una solución que



contiene por litro de agua 2 g de carbonato sódico anhidro, se enjuaga y se seca. Una parte del tejido se hierve por 5 veces y respectivamente 10 veces, durante 30 minutos, en una solución que contiene 2 g de carbonato sódico y 5 g de jabón por litro de agua (= lavado SNV-4).

5. Cada una de las piezas de tejido se ensaya luego respecto a la incombustibilidad, la resistencia al desgarramiento y la resistencia al arrugamiento. Los resultados de estas pruebas están también comprendidos en la tabla I que sigue

TABLA I

15.	Componente	Sin tratamiento	tratamiento con la preparación			
			A	B	C	D
	Producto según el Ejemplo 2, g/l		280		320	
	Producto según el Ejemplo 3, g/l			280		320
20.	NH ₄ CL g/l		4	4	4	4
	pH de la preparación		2,2	2,5	2,2	2,5
25.	<u>Incombustibilidad</u> ^① Después de lavado SNV-4 por 5 veces:					
	Tiempo de combustión arde (en segundos)		0	0	0	0
	Tiempo de ignición (en segundos)		0	0	0	0
	Longitud de desgarramiento (en cm)		10	11	10,5	9,5

374625



(continuación)

Componente	Sin tratamiento	tratamiento con la preparación			
		A	B	C	D
5. Después de lavado SNV-4 por 10 veces:					
Tiempo de combustión ardo (en segundos)		0	0	0	0
Tiempo de ignición (en segundos)		0	0	0	0
Longitud de desgarrero (en cm)		11	14	11	10,5
10. Resistencia al arrugamiento					
"Monsantobild" ② después de lavado SNV-4 por una vez	1 - 2	4	4	4	4
Angulo de arrugamiento ③ en seco (★ ⁹)	86	109	110	109	104
15. Resistencia al desgarrero ④					
Urdinbro, %	100	85	94	86	89
20. Trama, %	100	53	64	60	64

Explicaciones de la tabla I

① Ensayo vertical según DIN 53 906

② "Monsantobild" según AATCC 88A-1964T

Nota 5: buena inarrugabilidad; Nota 1 : mala inarrugabilidad

③ Promedio de 10 mediciones

④ Carga de rotura según SNV-98 461.

Con las preparaciones A a D se logra pues al tiempo incombustibilidad duradera y buen efecto inarrugable y ello sin adición de precondensado amino-

374625



plástico. La influencia de estos aprestos sobre las propiedades textilmecánicas del tejido es insignificante. Tampoco el tacto del tejido así aprestado varía prácticamente respecto al tacto del tejido no tratado.

5. Ejemplo 9

Se fulardea un tejido de algodón con uno de los baños acuosos E a I de la tabla II que sigue. La absorción de líquido es del 80 %. Se seca a 80° C y a continuación se endurece durante 4 1/2 minutos a 160° C. Se lava luego el tejido a temperatura de ebullición durante 5 minutos en una solución que contiene por litro de agua 2 g de carbonato sódico anhidro, se enjuaga y se seca.

15. La concentración de las preparaciones E a I se elige de modo que el baño contenga siempre 44,5 g de fósforo por litro.

20. Luego se ensaya según la prueba vertical DIN 53 906 la incombustibilidad de las diversas piezas de tejido. Los resultados de estas pruebas están compendiados asimismo en la tabla II.

TABLA II

Componente	% de fósforo	sin tratamiento	Tratamiento con la preparación				
			E	F	G	H	I
Producto según el Ejemplo 1, on g/l	13,9		320				
Producto según el Ejemplo 2, on g/l	13,9			320			
Producto según el Ejemplo 4, on g/l	13,9				320		



(continuación)

Componente	% de fósforo	sin tratamiento	Tratamiento con la preparación				
			E	F	G	H	I
Producto según el Ejemplo 6, en g/l	11,3					395	
Producto según el Ejemplo 7, en g/l	11,7						380
Producto de condensación de 1 mol de p-torcinonilfonil y 9 moles de óxido de etileno, en g/l		-	-	-	-	-	10
Acido fosfórico al 85% en g/l		30	30	30	30	30	30
Índice de pH de la preparación			2,2	2,0	1,9	2,1	2,1
<u>Incombustibilidad</u>							
Tiempo de combustión (en segundos)		ardo	0	0	0	0	0
Longitud de desgarró (en cm)			12,3	9,6	11,3	10,8	11,6

Ejemplo 10

25. A la masa para hilar 2 1/2 acetato de celulosa se incorpora un producto de la fórmula (9) según el Ejemplo 5, que se halla en forma de líquido muy viscoso. La cantidad incorporada es del 30 % respecto a la masa para hilar. Las hojas preparadas con esta masa muestran gran incombustibilidad.

30. Con esta masa para hilar se prepara igualmente un hilo sin fin que luego se convierte en un tejido en forma de una "manga para medias". También este tejido

374625

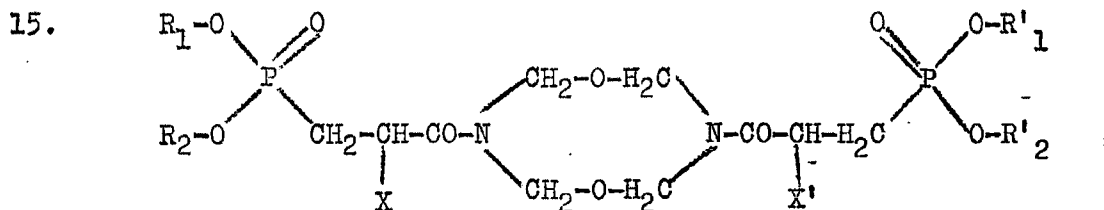


adquiere así buena incombustibilidad.

REIVINDICACIONES

5. Descrito el objeto de la invención se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones con prioridad de las solicitudes de patentes suizas núms. 18918/68 del 18 de diciembre de 1.968 y 16.863/69 del 13 de noviembre de 1.969.

10. 1. Procedimiento para la incombustibilización y el antiarrugamiento de materiales de fibra celulósicos, caracterizado por aplicarse a estos materiales una preparación acuosa que contenga a lo menos un compuesto de fósforo de la fórmula



donde

20. R_1, R_2, R'_1 y R'_2 representan cada uno un radical alquílico, halogenalquílico o alquenílico con 4 átomos de carbono a lo sumo cada uno, mientras que

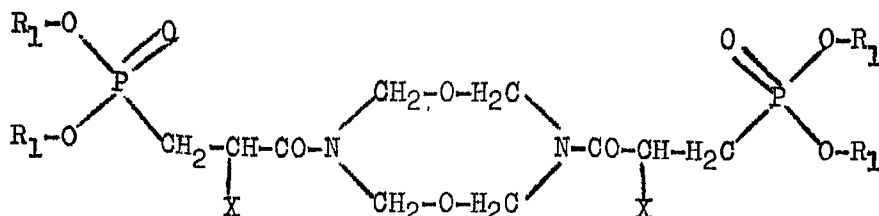
25. X y X' representan cada uno un radical metílico o, de preferencia, un átomo de hidrógeno, y eventualmente un precondensado aminoplástico endurecible, secarse a continuación los materiales y someterlos a un tratamiento a temperatura elevada.

30. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse un compuesto de fósforo de la

374625



fórmula



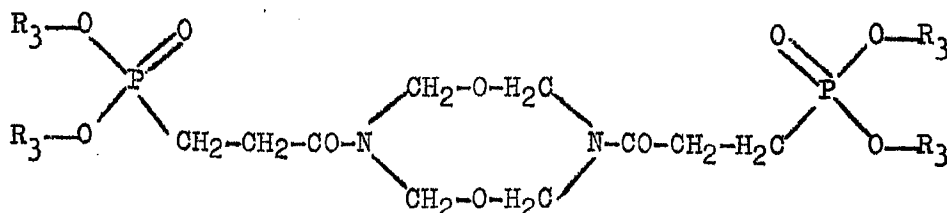
5.

donde

R_1 y X tienen el significado que se ha expuesto en la reivindicación 1.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2,

10. caracterizado por emplearse un compuesto de fósforo de la fórmula



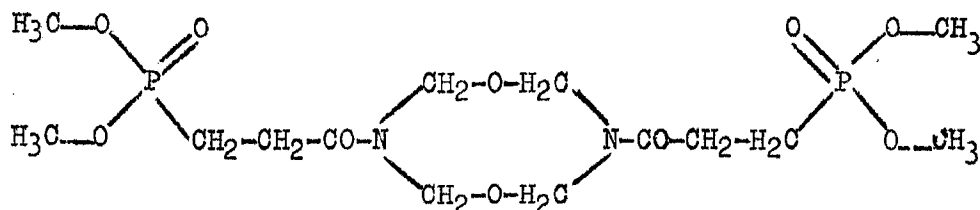
15.

donde

R_3 representa un radical metílico o etílico.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3,

20. caracterizado por emplearse el compuesto de fósforo de la fórmula



25.

5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado en que el pH de la preparación es inferior a 5.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por ajustarse con ácido ortofosfórico el pH de la preparación.

30.

24. =
374625



7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6 caracterizado en que las preparaciones contienen de 100 a 500 g del compuesto de fósforo por litro.

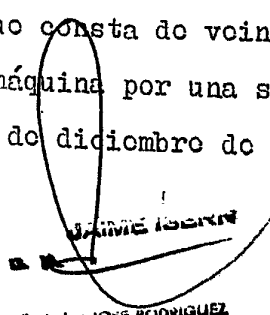
5. 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7 caracterizado por secarse el material de fibra a temperaturas hasta 100° C y someterse a un tratamiento térmico a temperatura por encima de 100° C.

9.- Procedimiento para la incombustibilización y el antiarrugamiento de materiales de fibra celulósicos.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de veinticuatro páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 17 de diciembre de 1.969

p. a.


FERNANDO JOSÉ RODRIGUEZ

mt.