

501/70
EX-F

384094



384094

CLASIFICACION	
CLASE	06
SUBCLASE	M

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de:

PIERREFITTE-AUBY

sociedad anónima francesa, domiciliada en
4, Avenue Vélasquez, 75 Paris, Francia, re
lativa a:

"PROCEDIMIENTO DE IGNIFUGACION DE MATERIAS
FIBROSAS"

=====

Inventor: Robert Peteri

Prioridad: Solicitud de patente en Francia no.
69 33 149 de fecha 29 setiembre 1969.



384094

MEMORIA DESCRIPTIVA

5. La presente invención se refiere a la ignifugación de las materias fibrosas, en particular textiles, y se refiere más particularmente a un procedimiento de ignifugación temporal de tales materias y en particular de tejidos celulósicos naturales y artificiales. - - - - -

10. El problema de la combustibilidad de las materias textiles y, en particular, de los tejidos celulósicos, muy especialmente de las telas de tapicerías y de los vestidos de trabajo, preocupa desde hace mucho tiempo a fabricantes y usuarios. El elevado número de patentes y publicaciones técnicas y científicas sobre este objeto lo atestiguan. -

15. Desgraciadamente, si bien ciertos procedimientos preconizados dan resultados válidos en casos particulares bien definidos, no existe hasta el presente ningún procedimiento que reuna a la vez la eficacia, la facilidad de aplicación y de empleo, y un precio de coste económico. -

20. Numerosas composiciones citadas en la literatura permiten hacer un tejido celulósico incombustible, o impiden propagar la llama, pero la ignifugación así obtenida no es duradera y no resiste no a los esfuerzos mecánicos, a los cuales está sometido un traje de trabajo o una cortina de escenario por ejemplo, ni a las variaciones de las

384094



condiciones atmosféricas y climatológicas, que corren el riesgo de provocar condensaciones de humedad, y aún menos a las mojaduras accidentales. - - - - -

5. Algunos autores han pensado resolver estas dificultades con la puesta a punto de procedimientos llamados "de ignifugación permanente". Estos están basados muy a menudo en la condensación o la polimerización de una resina sintética que contiene fósforo y/o un halógeno, sobre las fibras. En ciertos casos, los resultados son aparentemente espectaculares, pero, incluso no teniendo en cuenta el efecto siempre nefasto de tales tratamientos sobre la resistencia de los tejidos, el verdadero problema permanece siempre sin solución en el plano práctico. - - - - -

10.

15. En efecto, la permanencia de estos tratamientos no es más que relativa; bajo el efecto de las condiciones de lavado e incluso de exposición, la resina formada se despolimeriza más o menos rápidamente y pierde así sus cualidades esenciales al cabo de un ciclo de usos que alcanza raramente una decena de blanqueados. Es inútil insistir sobre el gran peligro que representa el empleo del tejido presumiblemente ignifugado y que no lo está más que imperfectamente. - - - - -

20.

25. En cuanto a los procedimientos temporales indicados en las patentes y comunicaciones anteriores, tienen en su contra los defectos siguientes: - - - - -

a) siendo muy elevada la cantidad de sales minera

384094



5. les, muy a menudo derivados del azufre, del fósforo o del boro, necesarias para la obtención de una protección suficiente (que puede alcanzar y sobrepasar el 20%), los tejidos resultan rígidos y quebradizos; además, cuando se trata de vestidos, provocan irritación de la piel e incluso heridas; - - - - -

b) el apresto obtenido es frágil; resiste mal los frotamientos y los doblados sucesivos; - - - - -

10. c) por su naturaleza química, los productos activos de los baños de ignifugación atacan el tejido provocando, o bien por oxidación, o bien por hidrólisis, la depolimerización de las macromoléculas celulósicas, lo que se traduce por una disminución de la resistencia y una fuerte alteración del color. - - - - -

15. Es igualmente conocido que la adición de una resina sintética, en forma de emulsión, en el baño de apresto, permite disminuir la formación de polvo debido al frotamiento. Sin embargo, cuando se trata de un apresto de ignifugación, la combustibilidad de las resinas utilizadas y las
 20. cantidades necesarias para la obtención de un resultado satisfactorio afectan necesariamente las propiedades ignífugas y pueden incluso neutralizarlas completamente. - - - -

25. Por otro lado, en numerosas publicaciones, se preconiza la adición de ciertos productos hidrofugantes, de origen orgánico o mineral, al baño de ignifugación. Si se puede obtener de esta manera una cierta mejora, ésta no es más que parcial e insuficiente. Estas fórmulas poseen, además, un



inconveniente grave: su eliminación ante una nueva im-
 pregnación ignifugante no es nunca completa, lo que ha-
 ce que los productos residuales impidan la penetración
 de las sales activas y hagan la operación heterogénea e
 ineficaz. - - - - -

5.

El procedimiento de la presente invención tiene
 por objeto eliminar, por unos medios simples y poco cos-
 tosos, los diferentes defectos de los métodos de ignifuga-
 ción ya conocidos, sin perjuicio para el efecto ignífugo.-

10. La invención tiene por objeto un procedimiento
 de ignifugación de materias fibrosas, y en particular de
 ignifugación temporal de textiles o tejidos, particular-
 mente celulósicos naturales o artificiales, caracterizado
 porque se impregna la materia fibrosa por medio de un ba-
 ño acuoso que contiene un agente ignifugante que confiere
 a dicho baño un pH que evita el ataque de la materia fibro
 sa, estando este agente constituido por un solo componente
 o por uno o varios componentes de reacción ácida en asocia
 ción con uno o varios componentes de reacción básica, un
 agente fijador y un agente hidrófobo, escurriéndose y secán
 dose después la materia fibrosa así tratada. - - - - -

15.

20.

Otras características y ventajas de la invención
 aparecerán con la lectura de la descripción siguiente. - -

Según el procedimiento de la invención, se im-
 preña en principio la materia a tratar, tal como un teji-
 do, por medio de un baño acuoso que contiene esencialmente:

25.

384094

15 SEP 1947



- a) un agente ignifugante
- b) un agente fijador, y
- c) un agente hidrófobo.

5. Para mayor comodidad, se hace referencia, más particularmente en la continuación de la descripción al tratamiento de materias celulósicas naturales y artificiales, pero se entiende que la presente invención no está en modo alguno limitada a estas materias y puede ser aplicada a otras fibras textiles naturales, artificiales o sintéticas, así como productos fibrosos como el papel, cartón, etc. - - - - -

15. El agente ignifugante del baño se escoge de manera que confiera a éste un pH que no provoque un ataque del tejido considerado. Para los tejidos celulósicos, este pH está próximo a la neutralidad y comprendido ventajosamente entre 6 y 8 aproximadamente. - - - - -

20. Aunque sea posible utilizar como agente ignifugante un componente único que proporcione directamente el pH deseado, se utiliza preferentemente una asociación de dos o varios componentes que tengan los unos una reacción ácida y los otros una reacción básica. - - - - -

Entre los componentes de reacción ácida utilizables, se citarían las sales tales como fosfato monoamónico, el sulfato de amonio, el sulfamato de amonio, etc. - - - - -

25. Como componente de reacción básica, se pueden citar sales como el fosfato diamónico, los boratos alcalinos



(particularmente de sodio), los carbonatos de metales alcalinos y de amonio, etc. - - - - -

5. Se obtienen resultados particularmente satisfactorios, en el caso de los tejidos celulósicos, con una mezcla que comprenda 2 proporciones molares de fosfato monoamónico por 7 proporciones molares de fosfato diamónico. -

10. La cantidad de agente ignifugante utilizada puede variar en límites muy amplios, una cantidad que represente del 5 al 20% del peso total del baño (comprendida el agua) es generalmente satisfactoria para los artículos textiles. - - - - -

15. El baño de impregnación contiene asimismo un fijador cuya función es la de evitar la formación de polvo del tejido después del secado. Entre los fijadores utilizables, se citará en particular, para los tejidos celulósicos, unas emulsiones de ésteres vinílicos solos o copolimerizados con cloruro de vinilideno, y en particular emulsiones estables de acetato de vinilo. Se utilizan en una cantidad que, para los artículos textiles, representa ventajosamente, en materias secas, de 0,5 a 2% en peso de la composición del baño. - - - - -
- 20.

25. El baño contiene también un agente hidrófobo tal como una emulsión estable, preferentemente no inónica, de cera microcristalina y/o de parafina. El punto de fusión de las ceras y/o parafinas utilizadas debe ser inferior a la temperatura de ebullición normal de los baños de lejía

384094



utilizados en el blanqueado, y será preferentemente inferior a 90°C. -----

5. Normalmente, la proporción de agente hidrófobo representa, en el caso de los textiles, en materias secas, de 1 a 5% aproximadamente en peso de la composición del baño. -----

10. Por la combinación del fijador y del agente hidrófobo, se obtiene con cantidades de materias orgánicas compatibles con el efecto ignífugo, por efecto sinérgico, la flexibilización del artículo aprestado, la supresión de la formación de polvo bajo el efecto de los frotamientos y la disolución retardada de las sales. -----

15. Las características y proporciones de estos dos constituyentes, tales como las dos emulsiones precitadas, se eligen de tal manera que el depósito que forman sobre las fibras da, en las condiciones habituales de secado, una película hidrófoba, adherente a la fibra, pero que pierden estas cualidades a una temperatura ligeramente inferior a la del blanqueo industrial. De esta manera, el apresto es totalmente eliminado en el curso del lavado, y una nueva impregnación del tejido no presenta ninguna dificultad. -----

25. Para mejorar el efecto hidrófobo, se adicionan al baño, si se desea, pequeñas cantidades (de 5 a 20% en peso de materias secas del baño) de ciertas sales minerales, tales como sales de cromo o de alumbre amoniacal, siendo preferible este último. -----



5. El baño de impregnación usado en la invención reemplaza además los baños de apresto llamados "de almidonaje" habitualmente empleados después de los blanqueos industriales. Su aplicación, a temperatura ambiente preferiblemente, puede realizarse con el material corriente de los blanqueadores. Por ello, el precio de coste de este tratamiento es extremadamente bajo y se halla reducido únicamente a los gastos de primeras materias poco costosas.--

10. Después de la impregnación, se escurre y seca la materia tratada de manera habitual, siendo las temperaturas de secado las utilizadas normalmente en esta técnica.--

15. La concentración del baño de impregnación en materias activas y el porcentaje de escurrido de la materia tratada se eligen ventajosamente de tal manera que el artículo secado retiene entre 10 y 25% aproximadamente de su peso de los productos secos del baño. - - - - -

Los ejemplos no limitativos siguientes ilustran la invención. - - - - -

Ejemplo 1

20. Un tejido de algodón de una calidad habitualmente empleada para la confección de las batas de laboratorio se impregna, a la temperatura ambiente, con la ayuda de un baño que tiene la composición siguiente: - - - - -

- Fosfato monoamónico 22 partes en peso
- 25. - Fosfato diamónico 88 " "

38409415



- Emulsión no inónica de cera microcristalina y de parafina al 45% de extracto seco 89 partes en peso
- 5. - Emulsión aniónica de acetato de polivinilo al 48% de extracto seco . . . 21 " "
- Agua 780 " "

Después de escurrido, la muestra retiene 112% de su peso, lo que corresponde a un depósito de producto seco del 18%. - - - - -

10. La muestra es seguidamente secada en aire caliente, en un secador de lencería doméstica, y una probeta es sometida al test de ignifugación por el método llamado "al pörtico" según la norma SNCF 425 B. Se juzga la eficacia del tratamiento, a partir de esta norma, midiendo la superficie carbonizada provocada por la combustión de 2 ml de alcohol etílico bajo la probeta extendida (esta superficie debe ser inferior a 100 cm²) y anotando la presencia eventual de llama y de puntos de ignición. - - - - -

20. El tejido tratado no presenta ni llama, ni punto de ignición, y la superficie carbonizada es de 40 cm². - -

Una probeta del mismo tejido, pero no tratada, sometida a este test arde con llamas muy altas, y después de una post-ignición prolongada, no quedan más que unas cenizas blancas, con algunas parcelas carbonizadas. - - - -

25. Una probeta de tejido tratada es sumergida en agua fría del grifo a 16°C y secada a la temperatura ambiente. Sometida al test SNCF no presenta ni llama, ni punto

384094



de ignición; la superficie carbonizada es de 64 cm². -

Otra probeta igualmente tratada es empapada con aceite mineral, llamado "de mecánico". La presencia de éste no modifica en modo alguno el resultado del test SNCF.-

5. Ejemplo 2

Un tejido de fibrana de una calidad habitualmente empleada para el revestimiento mural es impregnado con un baño de la misma composición que el descrito en el ejemplo 1. - - - - -

10. Después de escurrido, la muestra ha doblado en peso, lo que corresponde a un depósito de 16% después de secado con aire caliente. - - - - -

15. Sometida al test SNCF, una primera probeta da un resultado de 35 cm². Una segunda, después de haber sido sumergida durante 60 segundos en agua, y secada a la temperatura ambiente, da un resultado de 40 cm². - - - - -

Ejemplo 3

Un tejido de algodón es impregnado con la ayuda de un baño que tiene la composición siguiente: - - - - -

- 20. - Fosfato monoamónico 22 partes en peso
- Fosfato diamónico 88 " "
- Emulsión no iónica de cera microcristalina y de parafina al 45% de extracto seco 89 " "
- 25. - Emulsión aniónica de acetato de polivinilo al 48% de extracto seco 21 " "



- Alumbre amoniacal 20 partes en peso
- Agua760 " "

Después de escurrido, la muestra retiene 111% de su peso, lo que corresponde a un depósito del 20%. - - - -

5. Una probeta de este tejido sometida al test SNCF presenta una superficie carbonizada de 50 cm². - - - - -

Una segunda probeta que ha sufrido previamente un remojado de 60 segundos en agua fría, seguido de un secado a la temperatura ambiente, da un resultado de 58 cm².--

10. Ejemplo 4

Un tejido de algodón es impregnado con un baño de la misma composición que el descrito en el ejemplo 1. Sufre seguidamente un lavado con landerómetro, con una solución de 10 g/l de una lejía industrial, durante 30 minutos a la temperatura de 90°C. El tejido secado al aire caliente recibe nuevamente el apresto ignífugo, después es de nuevo lavado. El ciclo lavado-apresto ignífugo se repite 20 veces; cada 5 ciclos la eficacia del apresto se verifica. - - - - -

20. La tabla siguiente resume los resultados obtenidos en el tejido no tratado, sobre el tejido que ha sufrido 20 ciclos de lavado y aprestos ignífugos, así como sobre un testigo que haya sufrido igualmente 20 ciclos, pero con un apresto clásico de blanqueo. - - - - -



Tejido	Blanqueador %	Resistencia		Efecto ignífugo		
		en seco Kg/cm ²	en húmedo Kg/cm ²	ignición	llama	superficie carbonizada
5. No tratado	100	8,3	8,1	si	si	-
1 x aprestado ignifugado	96	8,1	9,2	ninguna	ninguna	40 cm ²
10. 20 x aprestado ignifugado	85	8,9	8,9	"	"	50 cm ²
20 x aprestado ordinario	85	7,2	8,2	si	si	-

15.

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - -

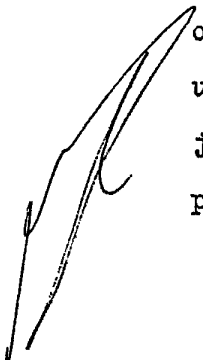
R E I V I N D I C A C I O N E S

20.

1.- Procedimiento de ignifugación de materias fibrosas, en particular textiles, caracterizado porque se impregna la materia fibrosa por medio de un baño acuoso que contiene un agente ignifugante que confiere a dicho baño un pH que evita el ataque de la materia fibrosa, estando constituido este agente por un solo componente o por uno

25.

o varios componentes de reacción ácida en asociación con uno o varios componentes de reacción básica, un agente fijador y un agente hidrófobo, escurriéndose y secándose después la materia fibrosa así tratada. - - - - -





2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la materia tratada es un tejido celulósico natural o artificial. - - - - -

5.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el componente ignífugante de reacción ácida se elige entre el fosfato monoamónico, el sulfato de amonio y el sulfamato de amonio. - - - - -

10.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el componente ignífugante de reacción básica se elige entre el fosfato diamónico, un borato de metal alcalino, un carbonato de metal alcalino y el carbonato de amonio. - - - - -

15.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 3 y 4, caracterizado porque el agente ignífugante es una mezcla de 2 proporciones molares de fosfato monoamónico por 7 proporciones molares de fosfato diamónico. - - - - -

20.

6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el agente fijador es una emulsión estable de éster vinílico solo o copolimerizado con el cloruro de vinilideno, y en particular de acetato de vinilo. - - - - -

[Handwritten signature]
25.

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el agente hidrófobo es una emulsión estable de cera microcristalina y/o de parafina. - - - - -

8.- Procedimiento según cualquiera de las reivin-

384094



dicaciones precedentes, caracterizado porque el baño comprende además de 5 a 20% en peso de alumbre amoniacal calculado sobre materias secas del baño, a título de agente hidrofugante complementario. - - - - -

- 5. 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se elige la concentración de los constituyentes del baño y el porcentaje de escurrido de la materia impregnada de manera que la materia secada obtenida finalmente retenga entre 10 y 25% aproximadamente de su peso de los productos secos del baño. - - - - -

10.- "PROCEDIMIENTO DE IGNIFUGACION DE MATERIAS FIBROSAS". - - - - -

- 15. Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de quince hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 15 SET. 1970

P. A. M. CURELL SUÑOL