

Case 6990/E

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>09</u> — <u>06</u>
SUBCLASE <u>H</u> — <u>M</u>



389033

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AGENTES DE IGNIFUGACION PARA MATERIALES DE FIBRA", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es un procedimiento para la ignifugación de materiales de fibra a base de poliacrilonitrilo, polipropileno y/o poliamida, caracterizado por aplicarse a estos materiales una preparación acuosa que

5. contiene :
- a) a lo menos un producto de reacción de
 - a') un compuesto de nitrógeno, a lo menos dimetilolable,
 - b') un compuesto de la fórmula

10.



- Otra posibilidad consiste en hacer reaccionar el componente a') con el componente c'), luego con el componente b') y a continuación, si se quiere, con el componente d'). Asimismo pueden obtenerse los productos de reacción a) haciendo reaccionar el componente a') con el componente c'), luego con el componente d') y a continuación con el componente b'). Se llega además a tales productos de reacción a) si se hacen reaccionar primoramente los componentes a') y b'), cada uno de por sí, con el componente c'), se hacen reaccionar luego ambos productos de reacción entre sí y a continuación, si se quiere, se los hace reaccionar todavía con el componente d'). También es posible hacer reaccionar el componente b') con el componente c') y eventualmente con el componente d') y luego hacer reaccionar con el componente a') el producto que así se ha originado.
- 5.
- 10.
- 15.

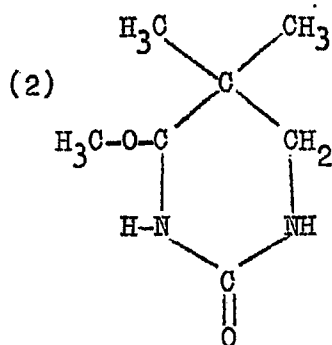
- Compuestos de nitrógeno a lo menos dimetilolables (= componente a') apropiados son los compuestos que pueden por adición de formaldehído transformarse en los llamados precondensados aminoplásticos endurecibles. Cabe mencionar las 1,3,5-aminotriacinas, como las melaminas N-sustituídas (por ejemplo, la N-butilmelamina, lo mismo que la amelina), las guanaminas (por ejemplo, formoguanamina, benzoguanamina o acetoguanamina) o también las diguanaminas.
- 20.
- 25.
- Asimismo entran en cuenta: el biuret, la guanidina, la tiourea, las alquil- o aril-ureas y -tioureas, las alquilen-ureas o -diureas (por ejemplo, etilenurea, propilenurea o acetilendiuroa), la 4,5-dihidroxi-imidazolidona-2 y sus derivados (por ejemplo, la 4,5-dihidroxiimidazolidona-2

389033

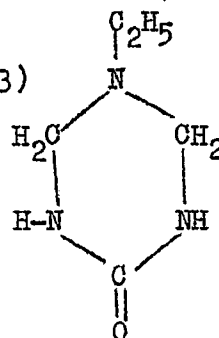


substituída en la posición 4 junto al grupo hidroxílico con el radical $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{OH}$). Asimismo entran en consideración los compuestos de nitrógeno cíclicos, como pirimidonas, triazonas o uronas, por ejemplo los de las fórmulas

5.

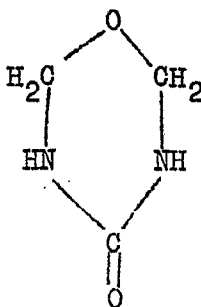


(3)



10.

(4)



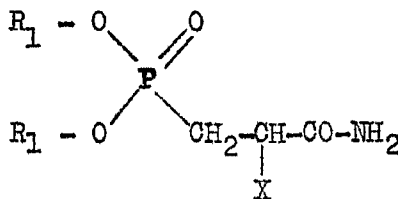
15.

20. Se prefieren sin embargo las 1,3,5-triazinas substituídas a lo menos por dos grupos amínicos primarios, el compuesto de la fórmula (2) y asimismo la urea. Particular interés presenta la melamina.

El componente b') corresponde de preferencia a la fórmula

25.

(5)



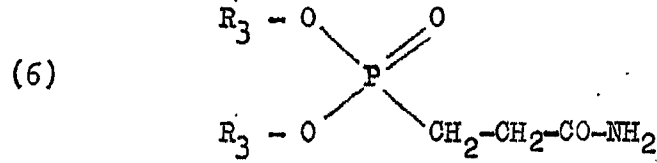
en la que

R_1 y X tienen el significado que ya se ha expuesto.

389033



Especial interés tienen los componentes b') que corresponden a la fórmula



en la que

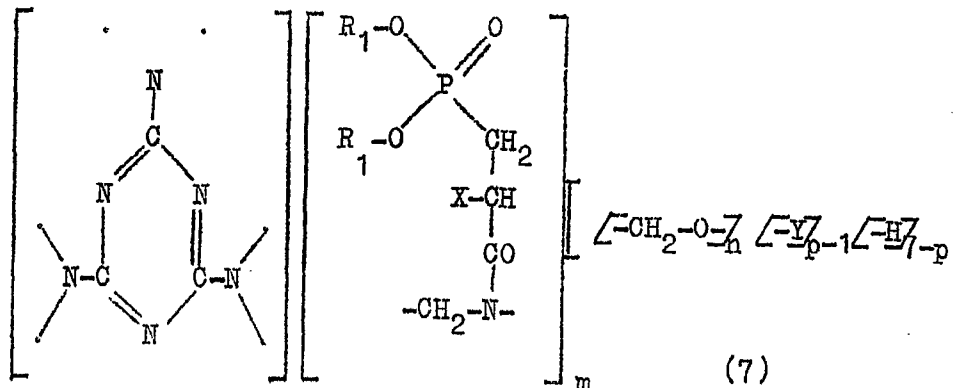
R₃ significa un radical etílico o metílico.

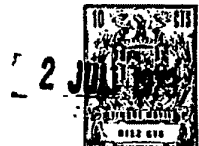
10. Entre los compuestos de la fórmula (6) se ha revelado como especialmente ventajosa la amida de ácido 3-(dimetilfosfona)-propiónico.

15. Han demostrado ser componentes a) de buena aptitud en el procedimiento de este invento sobre todo los productos de reacción de hexametilolmelamina o éter pentametilico de hexametilolmelamina y amida de ácido 3-(dimetilfosfona)-propiónico y, eventualmente, formaldehído.

Otros componentes a) preferidos son los productos de reacción de dimetilol- o hexametilol-melamina y metilolamida de ácido 3-(dimetilfosfona)-propiónico.

20. Los productos de reacción a) pueden corresponder también a la fórmula





389033

en la que

R₁ y X tienen el significado que ya se ha expuesto; Y significa un grupo alquílico con 4 átomos de carbono a lo sumo;

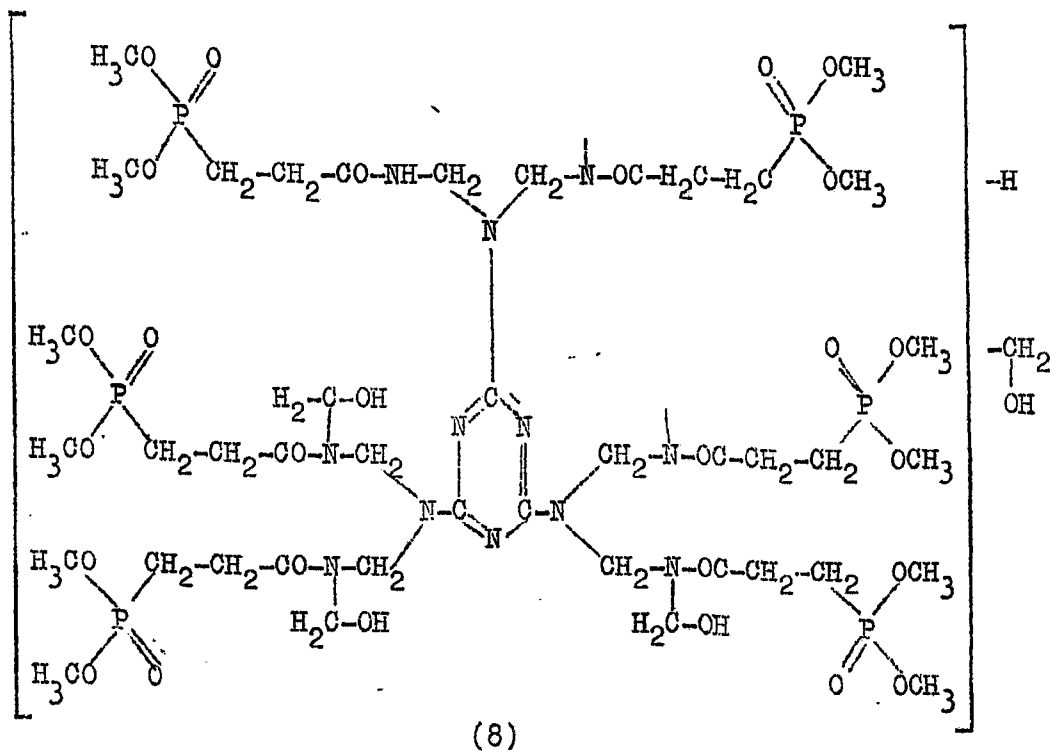
5.

y

m, n y p significan cada uno un número entero positivo; m por valor de 4 a 6, n por valor de 3 ó 4 y p por valor de n + 1 a lo sumo.

Puede tratarse aquí, por ejemplo, del compuesto

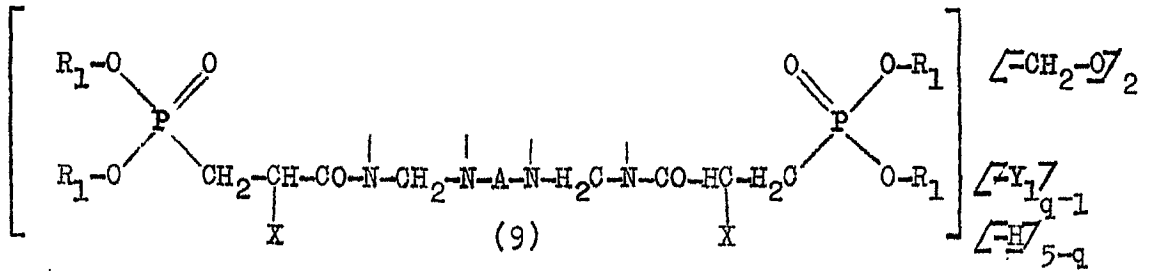
10. de la fórmula



25.

Otros productos de reacción a) pueden corresponder, por ejemplo, a la fórmula

389033



5. en la que

R₁ y X tienen el significado que se ha expuesto

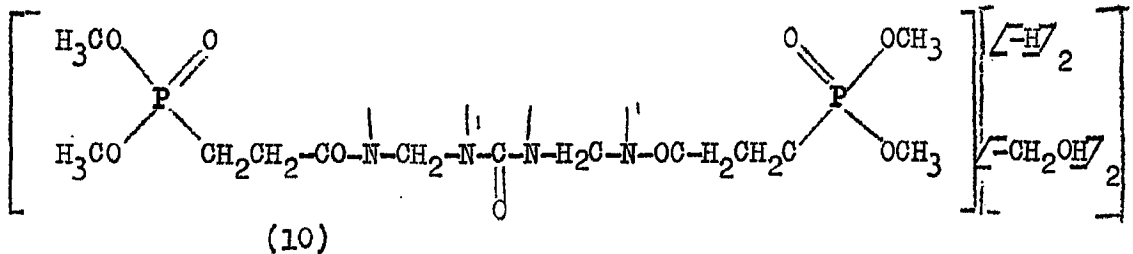
A representa un radical -CO-, CS-, CNH- o -CO-NE-CO- (donde R denota un átomo de hidrógeno o un radical de la fórmula CH₂-O'Y₁);

10. Y significa un radical alquílico con 4 átomos de carbono a lo sumo o, preferentemente, un átomo de hidrógeno;

y

q significa 1, 2 ó 3,

15. Entra en cuenta aquí por ejemplo, un compuesto de la fórmula



Otros productos de reacción a) apropiados se describen en la patente inglesa 1.092.793, lo mismo que su preparación.

25. Se llega convenientemente a los productos de reacción a) de la fórmula (7) si por calentamiento, y preferentemente en presencia de un disolvente orgánico que con el agua forme un azeótropo, se condensa un compuesto de la fórmula (1) con una 1,3,5-triacina que contenga a lo menos dos



grupos amínicos primarios, con tal de que los grupos H_2N de uno de estos dos componentes de partida estén metilolados, se remetilola con formaldehído o un agente donador de formaldehído, a temperatura alta y eventualmente en presencia de un catalizador básico, y a continuación, si se quiere, se eterifica todavía con un alcohol que contenga 4 átomos de carbono a lo sumo.

Los productos de reacción a) que corresponden a la fórmula (9) se preparan convenientemente monometilolando dos moles de un compuesto de la fórmula (1) con dos moles de formaldehído o de un agente donador de formaldehído, haciendo reaccionar a continuación con un mol de urea, tio-urea, guanidina o biuret, en ausencia de agua y en un disolvente orgánico inerte, a temperatura elevada, remetilolando con formaldehído o un agente donador de formaldehído el producto de reacción resultante, a temperatura alta y en presencia eventualmente de un catalizador básico, y eterificando todavía, si se quiere, con un alcohol de 4 átomos de carbono a lo sumo.

Las remetilolaciones con formaldehído o con un agente donador de formaldehído (como el paraformaldehído) se efectúan con ventaja a temperaturas hasta $150^{\circ}C$. En calidad de bases de acción catalítica de eventual empleo conjunto entran en cuenta, por ejemplo, el hidróxido sódico, el hidróxido potásico, el acetato sódico, el carbonato de magnesio o el óxido de magnesio.

Una modalidad preferida para preparar los productos de reacción a) consiste en hacer reaccionar en la fusión (o sea en ausencia de disolvente), a temperaturas de



100 a 150° C, un compuesto de la fórmula (1) con un componente a') metilolado, eventualmente eterificado.

El componente b) puede consistir en triésteres polihalogenados del ácido fosfórico, mixtos u homogéneos.

5. En calidad de componente b) se emplean con preferencia ésteres trialquílicos polihalogenados de ácidos fosfórico. Son aptos en particular los ésteres trialquílicos de este tipo que contienen en el radical alquílico 4 átomos de carbono a lo sumo y en los cuales cada radical alquílico está substituido con 2 ó 3 átomos de halógeno (por ejemplo, átomos de bromo o de cloro). Cabe señalar aquí principalmente como componente b) el fosfato de tris-(2,3-dibromo-2-cloropropil) o, en particular, el fosfato de tris-(2,3-dibromopropilo). Pero al mismo tiempo cabe reseñar también los ésteres triarílicos, como los fosfatos tris-(polibromo-aromáticos), por ejemplo el fosfato polibromado de trifenilo o tricresilo.
- 10.
- 15.

- Las preparaciones acuosas para la ignifugación de materiales de fibra a base de poliacrilonitrilo, polipropileno y poliamida contienen normalmente de 15 a 40% en peso del componente a) y 5 a 25% en peso del componente b). Las preparaciones acuosas se obtienen por simple mezcla de los componentes a) y b) y adición de una cantidad respectiva de agua. En el estado sin diluir, las mezclas de los componentes a) y b) son viscosas y al diluirlas con agua se originan emulsiones finamente dispersas, de buena estabilidad.
- 20.
- 25.

Las preparaciones para la ignifugación pueden eventualmente contener todavía otros suplementos. Para lo-



5. grar mayor depositación de substancia en los tejidos es ventajosa, por ejemplo, la adición de 0,1 a 0,5% de un polietilenglicol de peso molecular alto. Además, pueden agregarse a las preparaciones los ablandadores corrientes. Así, cuando al mismo tiempo se tiene que mejorar la inarrugabilidad del tejido en tratamiento, pueden añadirse a las preparaciones precondensados aminoplásticos, por ejemplo. También es posible la adición de catalizadores del endurecimiento (como cloruro de amonio, dihidroortofosfato de amonio, ácido fosfórico, cloruro de magnesio o nitrato de zinc), pero casi nunca es necesaria, pues los productos de reacción que cabe emplear según este invento se endurecen la mayoría de las veces por sí mismo a temperaturas altas. La adición de un emulgente suele ser superflua porque los productos de reacción fosforosos a) son en parte ya de por sí emulgentes muy eficaces para los ésteres polihalogenados de ácido fosfórico.
- 10.
- 15.

20. Los materiales de fibra pasibles de aprestos ignífugo según este invento son preferentemente géneros textiles. El material de fibra puede estar constituido por una sola de las fibras sintéticas que se han indicado o hallarse también en forma de mezclas (por ejemplo, de tejido mixto).

25. Las preparaciones se aplican pues a los materiales de fibra, lo cual puede efectuarse de manera ya conocida. De preferencia se actúa con género en piezas y se impregnan éstas en un foliar de la construcción corriente, que se carga con la preparación a la temperatura ordinaria. Los tapices de fibras de poliacrilonitrilo, polipropileno y/o poliamida

389033



se prestan muy bien para la ignifugación según el procedimiento aquí expuesto.

- El material de fibra así impregnado debe entonces secarse, lo cual se realiza convenientemente a temperaturas hasta 100°C. Luego se le somete a un tratamiento térmico a temperaturas por encima de 100°C (por ejemplo, entre 130 y 200°C; preferentemente, de 140 a 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 180 a 140°C.

- Un lavado ulterior del material de fibra de poliacrilonitrilo y polipropileno con un agente aceptor de ácido (de preferencia, solución acuosa de carbonato sódico), por ejemplo a temperatura desde 40°C hasta la de ebullición y durante 40 a 3 minutos, resulta conveniente cuando el medio de reacción es fuertemente ácido, pues se mejora así el tacto. Las fibras de poliamida tienen ya buen tacto sin tal lavado ulterior.

- Por el procedimiento de este invento se obtienen materiales de fibras con muy buena resistencia permanente a la inflamación.

- En las recetas de preparación y los ejemplos que siguen, los porcentajes y las partes son porcentajes en peso y partes en peso. Los volúmenes se refieren a las partes en peso como el centímetro cúbico al gramo.

RECETAS DE PREPARACION

A.

En un matraz agitador de 500 volúmenes, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se hacen reaccio-

389033



1973

nar a temperatura de 118 a 125° C, durante un total de 50 minutos, 211 partes (1 mol) de metilolamida de ácido 3-(dimetilfosfono)-propiónico y 71 partes (0,166 moles) de un éter pentametilico de hexametilolamina al 90%. Transcurridos los primeros 30 minutos del tiempo de reacción, se coloca la instalación en vacío, se destila el metanol originado y luego se enfria hasta 100° C. A continuación se mezcla el producto de la reacción con 220 partes de fosfato de tris-2,3-dibromopropilo y se enfría despacio hasta la temperatura del ambiente mientras sigue agitando. Se obtiene un producto amarillento, viscoso, casi límpido y homogéneo.

B.

En un matraz agitador de 500 volúmenes, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se funden 181 partes (1 mol) de amida de ácido 3-(dimetil-fosfono)-propiónico y, agitando, se calienta la fusión a 120° C de temperatura interna. Luego se añaden 83,6 partes de éter pentametilico de hexametilolmelamina (0,2 moles), se vuelve a ajustar la temperatura interna a 120° C y se prosigue la agitación por 15 minutos más, con lo cual la temperatura interna desciende gradualmente hasta 100° C y al mismo tiempo se origina un manifiesto reflujo de metanol. Es más ventajoso no retirar este metanol, con el fin de mantener la viscosidad de la mezcla reaccional en un nivel en que todavía se la pueda manipular bien.

El producto de reacción B tiene el grado de condensación deseado cuando una muestra de unas

2,5 partes, mezclada con 1,5 partes de fosfato de tris-



-2,3-dibromopropilo) y agitada a mano con 6 partes de agua en el tubo de ensayo, da inmediatamente una emulsión lechosa, finamente dispersa. Se enfría entonces hasta la temperatura del ambiente el producto de la reacción; o bien, antes del enfriamiento, se le puede mezclar con la cantidad deseada de fosfato de tris-2,3-dibromopropilo y al mismo tiempo enfriarlo.

5. En ambos casos se obtiene un producto muy viscoso, que al ser mezclado con agua produce fuerte reacción ácida.

C.

15. En un matraz agitador de 500 cc, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se mezclan 220 partes (1 mol) de metilolamida de ácido 3-(dimetilfosfona)-propiónico al 96% con 51 partes (0,17 moles) de hexametilolmelamina y se calienta la mezcla a temperatura interna de 110 a 115° C, con agitación. Luego se elimina en vacío durante 5 minutos las porciones de metanol contenidas en la metilolamida de ácido 3-(dimetilfosfona)-propiónico, se trata a continuación a 125° C de temperatura interna durante 20. 30 minutos y se enfría hasta la temperatura del ambiente.

Se obtiene un producto incoloro y límpido, muy viscoso.

25.

D.

En un matraz agitador de 2500 volúmenes de capacidad, provisto de separador de agua, se suspenden en 1000 partes de benceno 724 partes de amida de ácido 3-(dimetilfosfona)-propiónico y 306,4 partes de hexametilolmelamina.

389033



Se agregan todavía 9,6 partes de ácido p-toluensulfónico y se calienta hasta el punto de ebullición del benceno, mientras se extrae azeotrópicamente el agua formada durante la condensación y se la recoge en el separador de agua. 5. Después de 20 horas de reacción no se forma ya más agua. Se obtienen 74 partes de agua (calculado: 73 partes). A continuación se extrae el benceno en vacío y al mismo tiempo se instilan gradualmente 400 partes de agua.

A la solución turbia que queda se añaden 400 partes de formaldehído acuoso al 40% y se metilola a 60° C durante 4 horas. Mediante la adición a gotas de un total de 14,5 partes de solución al 30% de hidróxido sódico se mantiene un pH de 8 a 8,5, que se controla constantemente con un electrodo de pH. Después del enfriamiento hasta la temperatura del ambiente se obtienen 1640 partes de una solución turbia opalina, que se mantiene turbia aún después de una filtración. El contenido de substancia activa es del 62 %. Se hallan los índices de formaldehído siguientes :

20. CH_2O total: 188 partes (de éstas, 68 partes de CH_2O proceden de la hexametilolmelamina y 120 partes se utilizan para la metilolación)
 CH_2O libre: 58 partes
 CH_2O combinado: 130 partes.

Puede asumirse por lo tanto que mediante la metilolación se unen 62 partes de CH_2O a los grupos -CONH- secundarios, lo que corresponde a un compuesto tetrametilólico de la fórmula siguiente :

389033



- En la instalación que se ha descrito en la receta C se hacen reaccionar a temperatura de 100 a 105° C, durante 30 minutos, 217,2 partes (1,2 moles) de amida de ácido 3-(dimetilfosfono)-propiónico y 61,2 partes (0,2 moles) de hexametilolmelamina. Después del enfriamiento se agregan 160 partes de metanol y 100 partes de agua y, con adición de 5 partes de kieselgur, se filtra la solución formada, para separar pequeñas cantidades de porciones insolubles. Luego se extrae en vacío y a 60° C la mezcla de metanol y agua y se obtiene una resina incolora, de turbiedad opalina y muy viscosa.

G.

- En un matraz agitador de cuatro tubuladuras y 200 volúmenes de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo, termómetro, tubo de admisión de gas y electrodo de pH, se disuelven a 20° C en 110 cc de metanol 110 partes del producto de reacción que se ha descrito en la receta F y, agitando, se introduce HCl gaseoso hasta que el pH es de 2,5. Se eterifica entonces durante 3 1/2 horas a temperatura de reflujo (72-73°) y se mantiene en pH entre 2,5 y 3,2. A continuación se enfría hasta 60° C y se neutraliza con carbonato sódico anhidro hasta pH 7,9, se enfría hasta 20° C y se filtra la solución reaccional en un filtro de papel. Volviendo a eliminar del filtrado el metanol, en vacío, y a 60° C, se obtiene un jarabe ligeramente turbio, muy viscoso.

H.

En la instalación que se ha descrito en la receta C se hacen reaccionar a temperatura de 100 a 110° C, du

389033



rante 70 minutos, 139 partes (0,5 moles) de amida de ácido bis-(2-cloroetilfosfono)-propiónico y 35,5 partes (0,25 moles) de éter pentametilico de hexametilolmelamina (al 90%). Se obtiene un producto de reacción siruposo.

5.

I.

En la instalación que se ha descrito en la receta C se hacen reaccionar a temperatura de 100 a 110^o C, durante 75 minutos, 116,5 partes (0,5 moles) de amida de ácido 3-(dialilfosfono)-propiónico, 15,4 partes (0,5 moles) de paraformaldehido al 97,5%, 1,75 partes de metilato sódico en polvo y 0,23 partes de hidroquinona. El producto resultante tiene un grado de metilolación de 88 %.

10.

Se añaden entonces 35,5 partes (0,25 moles) de un éter pentametilico de hexametilolmelamina al 90% y se trata la mezcla a temperatura de 115 a 120^o C durante 60 minutos más. Después del enfriamiento se obtiene un jarabe amari-llento.

15.

J.

En la instalación que se ha descrito en la receta C se hacen reaccionar a temperatura de 118 a 119^o C, durante 15 minutos, 225 partes (1 mol) de amida de ácido 3-(dimetil-fosfono)-metoximetilpropiónico y 51 partes (0,166 moles) de hexametilolmelamina y a continuación se enfría inmediatamente hasta la temperatura ordinaria. Se obtiene un jarabe incoloro.

20.

25.

EJEMPLO 1

Se fulardea un tapiz de poliacrilonitrilo (peso: 1500 g/m²; relación velo.yute = 3:1; altura del velo o tufo = 9,5 mm) con una solución al 45% del producto según la



receta de preparación A. La absorción de líquido es del 100%. Después de secar a 90° C, se endurece a 155° C durante 5 minutos.

5. Para mejorar el tacto, se lava el tapiz a continuación en un baño que contiene por litro 5 g de carbonato sódico y 2 g de un producto de condensación a base de 1 mol de para-tercinonilfenol y 9 moles de óxido de etileno, durante 20 minutos, a 40° C y con una relación de líquido de 1:30. Luego se escurre y se seca a 90° C.

10. Después de este tratamiento, el tapiz (ensayado según DIN 51.960) es ignífugo o difícilmente inflamable.

EJEMPLO 2

15. Se fulardea un tapiz de polipropileno (peso: 1300 g/m² relación velo: yute = 3:1; altura del velo o tufo = 9 mm) con una solución al 30 y respectivamente al 45% del producto según la receta de preparación A. La absorción de líquido es del 90%. Después de secar a 90° C, se endurece a 155° C durante 5 minutos.

20. A continuación se lava como se ha descrito en el Ejemplo 1 y se vuelve a secar.

Los dos tapices así tratados, que se ensayan según DIN 51.960, quedan con un apresto ignífugo o difícilmente inflamable. La resistencia a la llama no se altera después de un tratamiento con champú.

25.

EJEMPLO 3

Para aprestar tapices de velo mortado hechos de fibras de poliacrilonitrilo y respectivamente de polipropileno se preparan mezclas según los dos procedimientos siguientes :



- a) se deposita el producto de reacción fosforoso, se añade el éster de ácido fosfórico y se ajusta con agua hasta el volumen deseado.
 - b) Se trata con un emulgente el triéster de ácido fosfórico, se mezcla el producto de reacción fosforoso y se ajusta con agua hasta el volumen deseado.
- 5.

La composición de las mezclas puede verse en la Tabla I que sigue

TABLA I

10.

Nº	Mezcla				Concentración del baño en %	Concentración en % de la mezcla sobre	
	a) Producto según la receta	b) Triéster de ácido fosfórico	Relación a):b)	+ Emulgente 1) en % del componente b)		tapij de poliacrilonitrilo	tapij de polipropileno
1	A	TBP	1:1 a	-	45	36	22,5
2	A	TCP	3:2 a	-	45	32	22,5
3	A	TDP	1:1 a	-	30	24	15
4	B	TDP	1:1 b	20	30	30	24
5	E	TDP	1:1 b	20	30	28	18
6	F	TDP	1:1 b	20	30	27	21
7	G	TDP	1:1 b	20	30	27	21
8	H	TDP	1:1 b	20	45	57	45

+) Procedimiento de mezcla

25. TBP = fosfato de tris-(bromocresilo)

TCP = fosfato de tris-(2-cloro-2,3-dibromopropilo)

TDP = fosfato de tris-(dibromopropilo)

1) Emulgente: Producto de condensación de 1 mol de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, retien-



lado con 1% de diisocianato de hexametileno, en forma de solución acuosa al 50%.

Se fulardean los tapices (de poliacrilonitrilo; peso, 1560 g/m²; relación velo-yute, 3:1; altura del velo,

5. 8 a 9 mm; de polipropileno; peso, 1080 g/m²; relación velo-yute, 2:1; altura del velo, 5 mm; ambos tapices sin revestimientos de respaldo) con estas mezclas, se secan a 80° C durante 5 minutos y a continuación se endurecen a 155° C durante 5 minutos.

10. Partes de todas las muestras se someten a un lavado ulterior de la manera indicada en el Ejemplo 1, mientras otras partes de todas las muestras se tratan con un champú. Para champú se utiliza un champú para tapices corriente en el comercio, diluido con agua hasta 1:8. Esta solución se hace espumar sobre el tapiz con una esponja y se introduce en la masa (por 10 partes de tapiz, 1 parte de solución). La espuma sobrante se aspira después de la limpieza. A continuación se deja secar la muestra a la temperatura del ambiente.

15. 20. Todos los tapices aprestados se someten a comprobación de la resistencia a la inflamación después del apresto, el lavado y el tratamiento con champú. Se ensaya según la prueba horizontal DIN 51.960, para lo cual antes de la prueba se secan las muestras durante 2 horas a 105° C y durante 1 hora en el secador, a la temperatura del ambiente.

25. Todas las muestras presentan buena resistencia a la inflamación según DIN 51.960, mientras que los respectivos tapices no tratados arden.

EJEMPLO 4

389033



Procediendo igual que en el Ejemplo 3, se aprestan tapices de velo cortado hechos de poliacilonitrilo, empleando las mezclas según la Tabla II (para la preparación, véase el Ejemplo 3).

5. Partes de todas las muestras se someten luego a un lavado ulterior como se ha indicado en el Ejemplo 1, mientras otras partes se tratan con un champú de la manera indicada en el Ejemplo 3.

10. Todos los tapices aprestados se ensayan a continuación respecto a la resistencia a la llama, de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 3.

Todas las muestras presentan buena resistencia a la inflamación según DIN 51.960, mientras los respectivos tapices no tratados arden.

15. TABLA II

Nº	Mezcla				Concentración del baño en %	Concentración en % de la mezcla sobre el tapiz
	a) Producto según la receta	b) Triéster de ácido fosfórico	Relación a):b) (+)	Emulgente ¹⁾ en % del componente b)		
20. 9	A	TDP	1:1 a	-	15	10,5
10	C	TDP	1:1 b	0,2	30	31
11	D	TDP	1:1 b	0,2	30	30
12	G	TDP	1:1 b	0,2	45	41
13	H	TDP	1:1 b	0,2	30	42
25. 14	I	TDP	1:1 b	0,2	30	30
15	J	TDP	1:1 b	0,2	30	26

(+) - Procedimiento de mezcla

TDP: Véase el Ejemplo 3

¹⁾ Emulgente: Véase el Ejemplo 3

389033



EJEMPLO 5

Procediendo igual que en el Ejemplo 3, se aprestan tapices de velo cortado hechos de polipropileno empleando las mezclas siguientes (para su preparación, véase el Ejemplo 3):

5.

TABLA III

Nº	Mezcla			+	Concentración del baño en %	Concentración en % de la mezcla sobre el tapiz
	a) Producto según la receta	b) Triéster de ácido fosfórico	Relación a):b)			
16	A	TBP	1:1	a	15	5
17	A	TBP	3:2	a	15	5
18	A	TCP	1:1	a	15	6
19	A	TDP	1:1	a	45	16

10.

15.

+) Procedimiento de mezcla

TBP, TCP y TDP: véase el Ejemplo 3.

Partes de todas las muestras se someten luego a un lavado de la manera indicada en el Ejemplo 1, mientras otras partes se tratan con un champú como en el Ejemplo 3.

20.

Todos los tapices aprestados se comprueban a continuación respecto a la resistencia a la llama, procediendo como en el Ejemplo 3.

25.

Todas las muestras presentan buena resistencia a la inflamación según DIN 51.960, mientras que los respectivos tapices no tratados arden.

EJEMPLO 6

Se aprestan tapices de velo cortado hechos de poliacrilonitrilo y polipropileno procediendo igual que en



el Ejemplo 3, pero con las mezclas siguientes (para su preparación, véase el Ejemplo 3):

TABLA IV

5. Nº	Mezcla					Concentración del baño en %	Concentración en % de la mezcla sobre	
	a) Producto según la receta	b) Triéster de ácido fosfórico	Relación a):b)	+	Emulgente ¹⁾ en % del componente b)		tapiz de poliacrilonitrilo	tapiz de polipropileno
20	A	TBP	3:2	a	-	15	9	-
10. 21	C	TDP	1:1	b	20	30	-	21
22	D	TDP	1:1	b	20	45	-	35
23	I	TDP	1:1	b	20	45	-	36

+) Procedimiento de mezcla

TBP y TDP: Véase el Ejemplo 3

15. 1) Emulgente: Véase el Ejemplo 3

Partes de todas las muestras se tratan a continuación con champú de la manera que se ha indicado en el Ejemplo 3.

20. Luego se comprueba la resistencia a la inflamación, de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 3, de todos los tapices aprestados.

Todas las muestras presentan buena resistencia a la inflamación según DIN 51.960, mientras los respectivos tapices no tratados arden.

25. EJEMPLO 7

Se apresta igual que en el Ejemplo 3 un tapiz de poliamida con las mezclas siguientes (para su preparación, véase el Ejemplo 3):



TABLA V

No	Mezcla					Concen- tración del baño en %	Concentra- ción de la mezcla sobre el tapiz, en %
	a) Producto según la receta	b) Triéster de ácido fosfórico	Rela- ción a):b)	Proce- dimien- to de mezcla	Emulgen- te ¹⁾ en % del com- ponente b)		
5. 24	A	TCP	1:1	a	-	45	41
25	D	TDP	1:1	b	20	30	24
26	E	TDP	1:1	b	20	45	46
10. 27	H	TDP	1:1	b	20	45	37
28	I	TDP	1:1	b	20	45	47

TCP y TDP: Véase el Ejemplo 3

1) Emulgente: Véase el Ejemplo 3

15. El tapiz de poliamida en cuestión es un tapiz llama-
mado "Polyamid-6-Tufted", de 1750 g/m² de peso, relación
velo-yute de 1:1,4, altura del velo de 4 mm y sin revesti-
miento del respaldo.

Partes de las muestras se tratan con un champú
tal como se ha indicado en el Ejemplo 3.

20. Todos los tapices aprestados se comprueban luego
respecto a la resistencia a la llama. La comprobación se
efectúa con la prueba vertical DIN 53.906, en 14 segundos
de encendido. Antes de la prueba se secan las muestras de
la manera que se ha indicado en el Ejemplo 3. La prueba da
25. los resultados siguientes:

389033

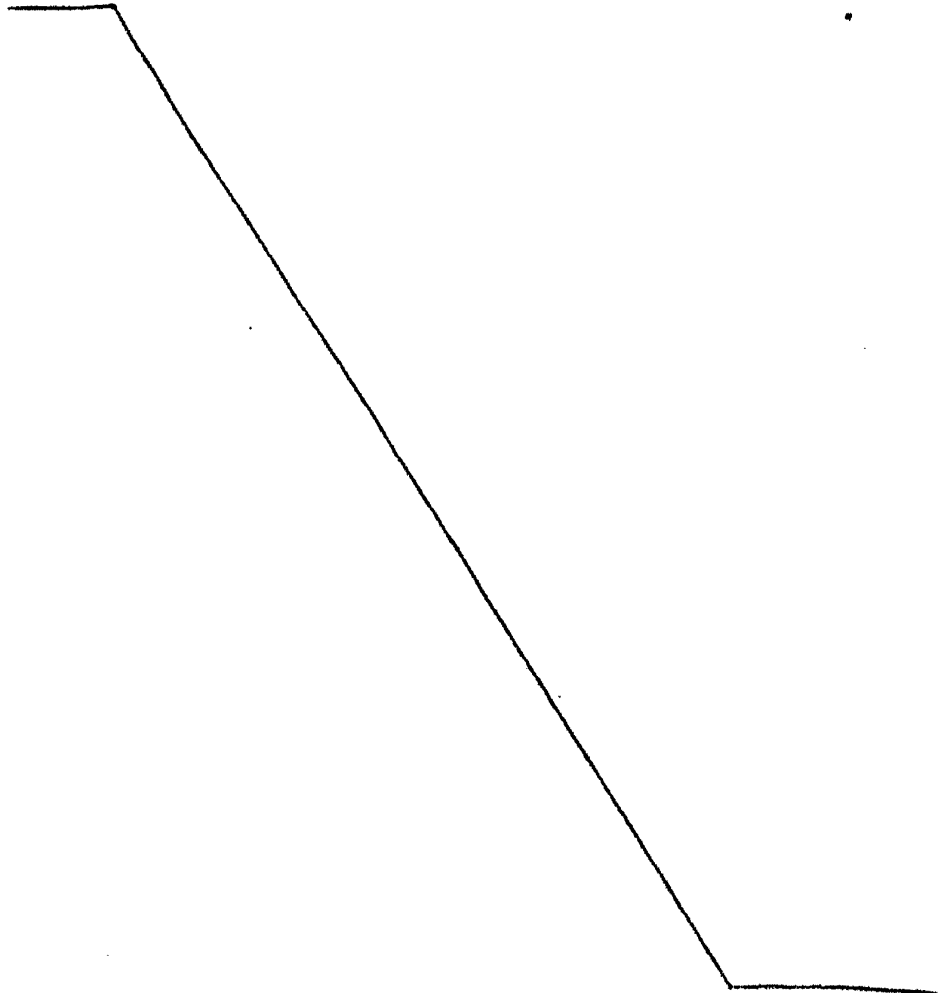


TABLA VI

Mezcla nº	Resistencia a la inflamación	
	después del apresto	después del tratamiento con champú
24	muy buena	muy buena
25	buena	buena
26	muy buena	muy buena
27	buena	buena
28	buena	buena

5.

10.



389033



N O T A

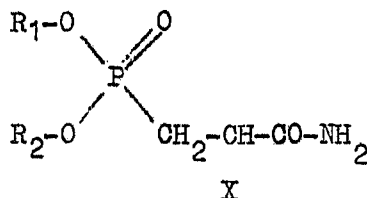
Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms 3541/70 del 10.3.70 y nº 1534/71 del 2.2.71.

5. 1. Procedimiento para la preparación de agentes de ignificación de materiales de fibra, del tipo poliacrilonitrilo, polipropileno y/o poliamida y en especial tapices caracterizado por combinarse en una preparación acuosa:

10.

a) a lo menos un componente derivado de la reacción de a') un compuesto de nitrógeno, a lo menos dimetilolable, b') un compuesto de la fórmula

15.



en el que

20.

R_1 y R_2 significan cada uno un radical alquílico, alquenílico o halogenalquílico con 4 átomos de carbono a lo sumo,

mientras que

25.

X significa un radical metílico o, de preferencia, un átomo de hidrógeno,

389033



c') formaldehído o un agente donador de formaldehído y d') eventualmente, un alcohol con 4 átomos de carbono a lo sumo;

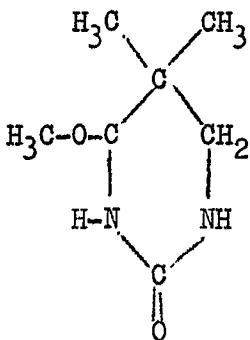
con

5. b) a lo menos otro componente integrado por un triéster de ácido fosfórico polihalogenado, alifático o aromático, de preferencia, un éster trialquílico o triarílico de ácido fosfórico.

10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el componente a) se deriva de la reacción indistintamente en cualquier orden preferido de los componentes a'), b'), c') y d').

15. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de componente a) se selecciona preferentemente un compuesto derivado de la reacción en que se emplea, como compuesto a'), una 1,3,5-triacina substituída a lo menos por dos grupos amínicos primarios, urea o un compuesto de la fórmula

20.



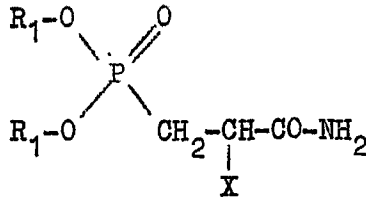
25.

y en especial melamina.



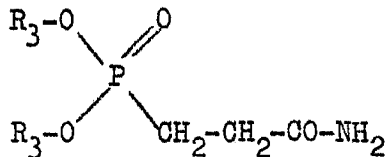
4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por seleccionarse asimismo como componente a) un compuesto derivado de la reacción en que como compuesto b') se emplea un compuesto de la fórmula

5.



o bien

10.



en las que

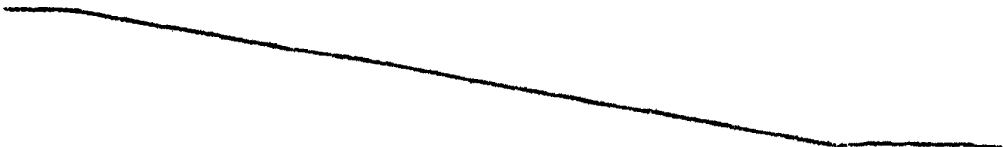
R₁ y X tienen el mismo significado que en la reivindicación 1,

15.

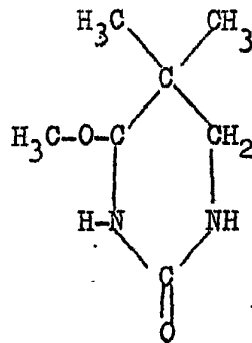
y R₃ significa un radical etílico o metílico.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, de una manera especial en calidad de componente a), el derivado de la reacción entre hexametilolmelamina o éter pentametilico de hexametilolmelamina y amida de ácido 3-(dimetilfosfono)-propiónico y eventualmente formaldehído, o bien entre dimetilol- o hexametilol-melamina y metilolamida de ácido 3-(dimetilfosfono)-propiónico, y particularmente un compuesto de la fórmula

25.



389033



5.

6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, de una manera especial en calidad de componente b), un éster trialquílico de ácido fosfórico polihalogenado · preferentemente en el que los radicales alquílicos contienen a lo sumo 4 átomos de carbono y cada radical alquílico está substituido por 2 o 3 átomos de halógeno, y particularmente el fosfato de tris-(2,3-dibromo-2-cloropropilo) o, el fosfato de tris-(2,3-dibromopropilo).

10.

15.

7. Procedimiento para la preparación de agentes de ignifugación de materiales de fibra.

20.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 29 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 de Marzo de 1971

p.a.