

PATENTE DE INVENCION

Case No. 24.181.



*Memoria Descriptiva* 402987

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UNA COMPOSICION  
ACUOSA DE ACABADO, RETARDADORA DE LA LLAMA.

-----

*Solicitante:* AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana,  
residente en Berdan Avenue, Township of Wayne, Esta-  
do de New Jersey, EE.UU. de A.

-----

Int. Cl.<sup>2</sup>: C09K // D06M

La presente invención se relaciona con aca-  
bados retardadores de llama para materiales textiles ce-  
lulósicos y métodos para emplear dichos acabados. Más  
particularmente, se relaciona con acabados retardadores  
5. de llama acuosos y procedimientos que emplean fosfato

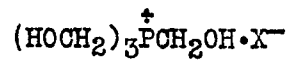
402987



de tetraquis(hidroximetil)fosfonio, carboxilato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio, y urea o un condensado de urea-formaldehido. Se relaciona además con procedimientos para preparar los compuestos de fosfonio de tris(hidroximetil)fosfinas.

5.

Sales de fosfonio de la fórmula:



en donde X es un anión, han sido utilizadas en acabados retardadores de llama o han sido propuestas para tal uso.

10.

Cloruro de tetraquis(hidroximetil)fosfonio

(CTHF) es un componente de ciertos acabados retardadores de llama para materiales textiles. Es obtenible haciendo reaccionar un mol de tris(hidroximetil)fosfina (THF), un mol de formaldehido, y un mol de ácido clorhídrico. Cuando

15.

OTHF se aplica a textiles con compuestos nitrogenosos orgánicos que contienen átomos de nitrógeno trivalente que llevan por lo menos dos miembros del grupo que consiste en átomos de hidrógeno y grupos de metilol, los materiales textiles tratados tienen propiedades retardadoras de llama

20.

que son durables con repetidas limpiezas. Los compuestos nitrogenosos preferidos son melamina, urea y melaminas de metilol solubles en agua y urea de metilol. Los acabados imparten una mano rígida "acartonada" y provocan una pérdida de resistencia algo severa y objetable en la tela

25.

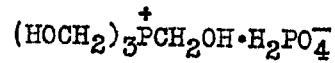
tratada. Se reducen la resistencia tensil, la resistencia

402987



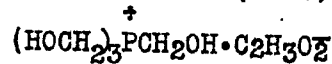
al desgarramiento y la resistencia a la abrasión.

Se ha propuesto que fosfato de tetraquis(hidro-ximetil)fosfonio (FTHF) de la fórmula:



5. es el equivalente de CTHF en acabados retardadores de llama que contienen compuestos nitrogenosos. Acabados que contienen FTHF imparten un buen retardo a la llama que es durable con limpieza, pero las telas tratadas son rígidas y "cartonosas" y sufren de pérdidas inaceptable de resistencia.

10. También se ha propuesto que acetato de tetra-quis(hidroxitometil)fosfonio (ATHF) de la fórmula:



15. es el equivalente de CTHF en acabados retardadores de llama que contienen compuestos nitrogenosos. Acabados que contienen ATHF también imparten un buen retardo de la llama que es durable con limpieza, pero el acetato es considerablemente menos estable que las correspondientes sales de cloruro y fosfato, lo que resulta en problemas de aplicación tal como una eficacia de fijación sobre el material textil y colores ofensivos.
- 20.

25. Es un objeto de la presente invención proveer un acabado de llama acuoso, estable con el almacenamiento para materiales textiles celulósicos, que es muy durable con repetidas limpiezas. Es un objeto adicional proveer un acabado textil que no cambia apreciablemente la mano y re-



402987

sistencia del material textil a ser tratado. Estos y otros objetos y ventajas de la presente invención serán evidentes a través de la descripción y ejemplos que siguen.

5. Se ha descubierto que empleando fosfato de tetraquis(hidroxitil)fosfonio, carboxilato de tetraquis(hidroxitil)fosfonio y urea o un condensado de urea-formaldehído como ingredientes opcionales: formaldehído libre y/o un condensado de melamina-formaldehído, en combinación provee acabados retardadores de llama que satisfacen los objetos y ventajas precedentes. Inesperadamente, los resultados logrados a través de la combinación de dos sales de fosfonio cuaternarias en un acabado textil produce resultados que son marcadamente superiores que aquellos obtenidos con las sales de fosfonio individuales utilizadas solas.
- 10.
- 15.

- De las sales de fosfonio combinadas utilizadas en el acabado retardador de llama de la presente invención, entre aproximadamente 10 y aproximadamente 75 mol por ciento, preferiblemente entre aproximadamente 30 y aproximadamente 70 mol por ciento, es fosfato de tetraquis(hidroxitil)fosfonio, entre aproximadamente 90 y aproximadamente 25 mol por ciento, preferiblemente entre aproximadamente 70 y aproximadamente 30 mol por ciento, es carboxilato de tetraquis(hidroxitil)fosfonio.
- 20.
- 25.



402987

El acabado también contiene entre 0,5 y 3,0 moles, preferiblemente entre 1,0 y 1,5 moles, de urea y/o condensado de urea-formaldehído por mol de sales de fosfonio combinadas. Como se describirá más adelante bajo "secado y curado", se prefiere a veces emplear un condensado de urea-formaldehído en lugar de urea. En otros casos se puede utilizar cualquiera de estos con resultados esencialmente iguales.

Los condensados de urea-formaldehído que pueden emplearse incluyen condensado de urea con hasta aproximadamente 3,5 moles o más de formaldehído. Cuatro moles es el límite teórico. Preferiblemente, los moles de formaldehído combinado serán de entre 1 y 2 por mol de urea. Pueden utilizarse mezclas de condensados de urea-formaldehído y urea.

El formaldehído libre opcional se utiliza en cantidades entre 0 y 0,5 moles, preferiblemente entre 0,2 y 0,4 moles, por mol de sales de fosfonio combinadas. El formaldehído libre sirve para estabilizar los acabados retardadores de llama y para mejorar los resultados obtenidos sobre materiales textiles celulósicos.

Los condensados de melamina-formaldehído opcionales deberán utilizarse en cantidades entre 0 y 1,0 moles, preferiblemente entre 0 y 0,33 moles, por mol de sales de fosfonio combinadas. Los condensados de melami-

402987



na-formaldehído sirven para proveer nitrógeno suplemental al acabado.

- Los condensados de melamina-formaldehído que pueden emplearse incluyen condensados de melamina con hasta 6 moles de formaldehído (el límite teórico). Los grupos de metilol del condensado de melamina-formaldehído pueden ser parcial o completamente alquilados, es decir, eterificados, mediante reacción con alcoholes alifáticos.
- 5.

- Condensados representativos de melamina-formaldehído que pueden emplearse incluyen dimetilol melamina, trimetilol melamina, trimetilol melamina parcialmente metilada, hexametilol melamina altamente metilada y mezclas de condensados de melamina-formaldehído con condensados de urea-formaldehído.
- 10.

- Las soluciones acuosas de fosfato de tetraquis(hidroxi metil)fosfonio y carboxilato de tetraquis(hidroxi metil)fosfonio pueden convenientemente prepararse haciendo reacciones en medio acuoso 1 mol de tris(hidroxi metil)fosfina con por lo menos un mol de formaldehído y esencialmente un mol de ácido combinado ortofosfórico y carboxílico. El ácido fosfórico deberá representar entre 10 y 70 mol porciento de los ácidos combinados, siendo el resto ácido carboxílico. La temperatura de reacción deberá estar entre 20 y 100°C, preferiblemente entre 25 y 50°C. Tris(hidroxi metil)-fosfina
- 15.
- 20.
- 25.

402987



es un compuesto conocido.

- En un procedimiento particularmente ventajoso, tris(hidroximetil)fosfina y formaldehído, como formaldehído acuoso, se combinan a la temperatura de reacción y se agrega ácido ortofosfórico, seguido por ácido carboxílico, mientras se mantiene la temperatura de reacción prescrita. Los reactivos pueden combinarse tan rápidamente como el control de la temperatura permita. Luego de combinarse los reactivos, la temperatura de reacción se mantiene durante un corto período, por ejemplo, entre 30 min y 2 hr, para permitir que se complete la formación de las sales de fosfonio cuaternarias. La formación de las sales es rápida y, por lo tanto, no se requiere un prolongado período de reacción. Si se desea, el ácido fosfórico puede combinarse con la tris(hidroximetil)fosfina antes de la adición del formaldehído, pero para una máxima estabilidad de los reactivos, el formaldehído deberá agregarse antes que los ácidos. El producto de reacción es una solución acuosa de la sal de fosfonio mixtas. Si se utiliza un exceso de formaldehído en la preparación, el producto contendrá formaldehído libre. El uso de cierto exceso de formaldehído ayuda a asegurar la existencia del producto en la forma de sal cuaternaria. La presencia de cierto formaldehído libre en la solución de producto sirve para estabilizar la composición
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



402987

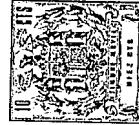
de la solución del producto.

5. Las proporciones relativas de fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio y carboxilato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio es esencialmente la misma que las proporciones de ácido fosfórico y ácido carboxílico empleados. Sin embargo, debido a la presencia de ácidos polibásicos, moles de las sales de fosfonio formadas pueden variar levemente del número de moles de ácido empleado.

10. Si bien se emplean convenientemente soluciones acuosas de formaldehído, también pueden utilizarse formaldehído polimerizado o paraformaldehído.

15. Los ácidos carboxílicos empleados en la presente invención deberán preferiblemente tener un  $pK_a$  de  $1,34 \times 10^{-5}$  o mayor en soluciones acuosas a  $25^{\circ}C$ . Una variedad de tales ácidos apropiados se señala en las páginas 1644-5 en Handbook of Chemistry and Physics, Chemical Rubber Publishing Co., Ed. 38. Dentro de los ácidos carboxílicos preferidos pueden mencionarse ácido acético, glicólico, láctico, málico, fórmico, propiónico, butírico, valérico, cítrico y oxálico.

25. En un procedimiento preferido, 1,0 mol de tris(hidroximetil) fosfina de aproximadamente una fuerza de 95% y 1,3 moles de formaldehído (como un formaldehído acuoso al 37%) se mezclan juntamente a una temperatura de aproximadamente  $45-50^{\circ}C$ , y se agrega 0,4 moles de ácido ortofosfórico



402987

- (como ácido al 85%) a la misma temperatura, seguido por 0,6 mol de ácido acético (como ácido al 99,8%). La temperatura se mantiene a 50°C durante aproximadamente 1 hr, y luego se reduce por debajo de 30°C. El producto es una solución acuosa estable concentrada de fosfato de tetraquis (hidroximetil)fosfonio y acetato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio que contiene aproximadamente 9,7% de "fósforo activo", es decir, fósforo derivado de tris(hidroximetil)fosfina y no de ácido fosfórico. En otras palabras, "fósforo activo" es fósforo de fosfonio y no de fosfato. Otros ácidos carboxílicos se utilizan similarmente.
- 5.
- 10.

- Los acabados retardadores de llama de la presente invención se aplican a materiales textiles celulósicos como soluciones acuosas o baños rellenos. Las soluciones se preparan diluyendo la solución concentrada descrita anteriormente de fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio y carboxilato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio con agua y agregando urea o un condensado de urea-formaldehído en cantidad suficiente para proveer el número de moles prescrito anteriormente de urea y/o condensado de urea-formaldehído por mol de sales de fosfonio combinadas. La concentración de fósforo derivado de fosfina y urea en las soluciones de aplicación dependerá, en general, en el método de aplicación, la cantidad de fósforo y urea a aplicarse al material textil, y en el peso, es-
- 15.
- 20.
- 25.

402987



estructura y composición de fibra del material textil.

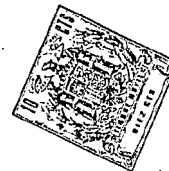
5. La cantidad de fósforo derivado de fosfina aplicada al material textil deberá estar entre 0,5 y 5 %, preferiblemente entre 2 y 3,5 %, en base al peso del material. La cantidad de urea, como tal o en un condensado con formaldehído, aplicada al material textil deberá estar entre 2 y 10 %, preferiblemente entre 4 y 8 %, en base al peso del material.

10. La cantidad de condensado de melamina-formaldehído que opcionalmente puede utilizarse en el acabado retardador de llama ha sido señalada anteriormente. En términos de cantidad sobre el material textil, deberá estar entre 0 y 10 % en base al peso del material textil.

15. Los materiales textiles celulósicos deberán contener por lo menos 20 % de fibras celulósicas. Por fibra celulósica quiere indicarse fibras tales como algodón, celulosa regenerada (rayón), lino, yute, etc. Pueden utilizarse mezclas de fibras celulósicas o combinaciones de fibras celulósicas con fibras no celulósicas, tanto naturales como sintéticas, tales como seda, lana, nylon, poliéster, acrílicas, etc.
- 20.

25. Los acabados retardadores de llama acuosos de la presente invención se aplican al material textil por relleno, inmersión, rocío, etc. Los materiales luego se secan a una temperatura entre aproximadamente 75 y

402987



210°C. o superior. El tiempo de secado puede variar de varios minutos a la temperatura inferior hasta tan breve como 15 seg. a la temperatura superior. El acabado luego se cura a una temperatura entre aproximadamente 125 y 225°C, preferiblemente entre aproximadamente 150 y 200°C. El tiempo requerido para curar el acabado está entre 5 y 1 min, dependiendo de la temperatura y el peso y estructura del material textil.

10, Cuando las operaciones de secado y curado se llevan a cabo en un horno con circulación forzada de aire, es ventajoso utilizar en el acabado un condensado de urea-formaldehído en lugar de urea.

15. Las composiciones y procedimientos de la presente invención se describen y se comparan adicionalmente con composiciones y procedimientos relacionados a través de los siguientes ejemplos. En cada caso, los pesos y porcentajes son en peso a menos que se indique lo contrario. Las relaciones de componentes que contienen fósforo en las soluciones de producto son aproximaciones ya que ácido ortofosfórico es un ácido multivalente y puede cuaternizar más de 1 mol de tris(hidroximetil)fosfina por mol de ácido fosfórico. Se cree que cuaterniza, a lo sumo, solamente una pequeña proporción de un segundo mol de tris(hidroximetil)fosfina.

25.

EJEMPLO 1



402987

- A una marmita de reacción que contiene 1240 g (10,0 moles) de tris(hidroximetil)fosfina (aproximadamente 1308 g de material al 95 %) y 390 g (13,0 moles) de formaldehído (como 1050 g de formaldehído acuoso al 37 %) se agrega, a una temperatura de 45-50°C, 392 g (4,0 moles) de ácido ortofosfórico (461 g de  $H_3PO_4$  al 85 %), seguido por 360 g (6,0 moles) de ácido acético (361 g de ácido acético glacial al 99,8 %), mientras que en todo momento se mantiene una temperatura de 25-50°C. La mezcla de reacción se agita a 50°C durante 1 hr y luego se enfría por debajo de 30°C.

- El producto era una solución acuosa de esencialmente acetato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio, fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio y formaldehído en la relación molar calculada de 0,6/0,4/0,3. La solución contenía aproximadamente 9,7 % de fósforo activo, es decir, fósforo derivado de fosfina.

#### EJEMPLO 2

- Un baño rellenador acuoso se preparó que contenía 31,1 % de un producto preparado por el procedimiento del Ejemplo 1, (9,65 % de fósforo activo) y 9,0 % de urea. El baño rellenador que contenía 3,0 % de fósforo activo, se aplicó a una lámina de algodón mediante un procedimiento rellenador común, obteniendo un recogimiento húmedo de 95 %. La tela rellenada, que contenía 2,85 %

402987



- ept de fósforo activo, se secó a 107°C durante 4 min y luego se curó a 163°C durante 4 min. Se determinó la durabilidad del acabado de retardador de llama con relación a limpieza mediante (1) repetidamente lavando la tela en una máquina de lavar automática utilizando un detergente comercial y agua a 60°C, y (2) midiendo la resistencia a la llama de la tela secada luego de aproximadamente cada 10 lavados mediante un ensayo de llama vertical de acuerdo con Test Method AATCC 34-1966. El límite de durabilidad práctica sobre tela de algodón se alcanza cuando la longitud de carbonización es 15,24 cm. Luego de 10 lavados la longitud de carbonización es de aproximadamente 10,92 cm, lo cual indica que el retardo de llama de un acabado de la presente invención sobre una lámina de algodón de 100 % es durable durante por lo menos 100 lavados domésticos normales en una máquina de lavar automática.

EJEMPLO 3

- Se preparó un baño rellenador acuoso que contenía 36,3 % de un producto preparado por el procedimiento del Ejemplo 1 (9,65 % de fósforo activo) y 9,0 % de urea. El baño rellenador, que contenía 3,5 % de fósforo activo, se aplicó a una tela de poliéster/algodón de 50/50 obteniendo un recogimiento húmedo de 78 %. La tela rellenada, que contiene 2,73 % ept de fósforo activo, se



402987

secó a 107°C durante 4 min y luego se curó a 163°C durante 4 min. La durabilidad de acabado retardador de llama se midió mediante el procedimiento del Ejemplo 2. El límite práctico de durabilidad con lavado de tela de poliéster/algodón se alcanzó cuando la longitud de carbonización es de aproximadamente 17,78 cm. El acabado retardador de llama fué durable durante 70-80 lavados domésticos.

5.

EJEMPLO 4

Se prepararon dos baños rellenadores acuosos

10.

de las siguientes composiciones:

TABLA I

<u>Composición de baño rellenador</u>	<u>A</u>	<u>B</u>
Producto del Ejemplo 1 (9,65% P activo)	25,9%	25,9%
% P activo en baño	2,5%	2,5%
Resina A <sup>(1)</sup>	6,0%	-
Resina B <sup>(2)</sup>	-	6,0%
Urea	4,0%	9,0%

15.

(1) Resina A - 75% de hexametilol melamina altamente metilada y 25% de urea altamente metilolada.

20.

(2) Resina B - Dimetilol melamina.

Los baños rellenadores se aplicaron a telas de algodón de 100% de varios pesos y estructuras mediante un procedimiento común de relleno. Las telas rellenas se secaron a 107°C durante 4 min y se curaron a 163°C durante

25.

402987



4 min. Las telas luego se lavaron por tratamiento con agua a aproximadamente 50°C y se secaron. La durabilidad de los acabados con relación a lavado se determinó mediante el procedimiento del Ejemplo 2.

5. Los resultados, incluyendo el porcentaje de recogimiento en húmedo, porcentaje de fósforo activo sobre la tela y durabilidad de los acabados, se dan en la Tabla II.

TABLA II

	Tela de Algodón	% Recogimiento en húmedo	% P Activo EPT <sup>(1)</sup>	Durabilidad	
				Baño rellador A	Baño rellador B
10.	a) Poplin 96 x 40, 740 g	79	1,97	-	85
15.	b) Tela de estampado 64 x 40, 141 g	128	3,21	100	100
	c) Tela de estampado 80 x 80	87	2,17	-	100
20.	d) Tejido de vivo tubular	118	2,95	100	100
	e) Franela	114	2,85	85	100
	f) Lámina	99	2,47	85	100
	(1) en peso de tela				

25. Este ejemplo demuestra que los acabados de la pre-

402987



sente invención proveen un retardo de llama en telas de algodón de 100% de varios pesos y estructuras, y que los acabados son muy durables con repetidos lavados.

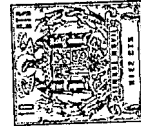
EJEMPLO 5

5. Se preparó un baño rellenador acuoso que contenía 31,1% de un producto preparado por el procedimiento del Ejemplo 1 (9,65% de fósforo activo). 6% de dimetilol melamina y 9% de urea. El baño rellenador, que contenía 3,0% de fósforo activo, se aplicó a dos telas de fibras mixtas de algodón y poliéster por el procedimiento del Ejemplo 2. Se midió la durabilidad de los acabados con relación a lavados mediante el procedimiento del Ejemplo 2. Los resultados se dan en la Tabla III.

TABLA III

	Tela	% Recogimiento en húmedo	% P Activo en tela	Durabilidad N° de lavados
15.	a) 65/35 Poliéster/género de estampado de algodón	88	2,64	55
20.	b) 35/65 Poliéster/franela de algodón	104	3,13	70

25. Este ejemplo demuestra que los acabados de la presente invención imparten un retardo de llama durable a telas de fibras mixtas de algodón y poliéster sintético



402987

y que las proporciones de fibra pueden variarse a través de una amplia gama.

EJEMPLO 6

Se preparó una serie de baños rellenadores acuo-

5. sos que contenían las cantidades de producto preparado por el procedimiento del Ejemplo 1 (9,8 % de fósforo activo), urea y dimetilol melamina dado en la Tabla IV. Los baños rellenadores también contenían 0,1 % de un agente tensioactivo no iónico. Los baños rellenadores se aplicaron a lá-
10. minas de algodón (blanqueadas, mercerizadas, 80,8 g) mediante un procedimiento de relleno común obteniendo un recogimiento en húmedo de aproximadamente 100 %. Las telas tratadas, que contenían la cantidad de fósforo activo, urea y de metilol melamina dada en la Tabla IV, se seca-
15. ron a 107°C durante 4 min y se curaron a 165°C durante 4 min.

La durabilidad de cada acabado retardador de llama con relación a lavado doméstico se determinó mediante el procedimiento del Ejemplo 2.

20. La durabilidad de cada acabado a hidrólisis alcalina, una medida de durabilidad a lavados comerciales, se determinó lavando la tela una vez en una máquina de lavar automática con agua a 60°C y un detergente comercial y luego dirigiendo la tela durante 2 hr a 95°C en
25. agua que contiene 0,2 % de carbonato de potasio y 0,05 %

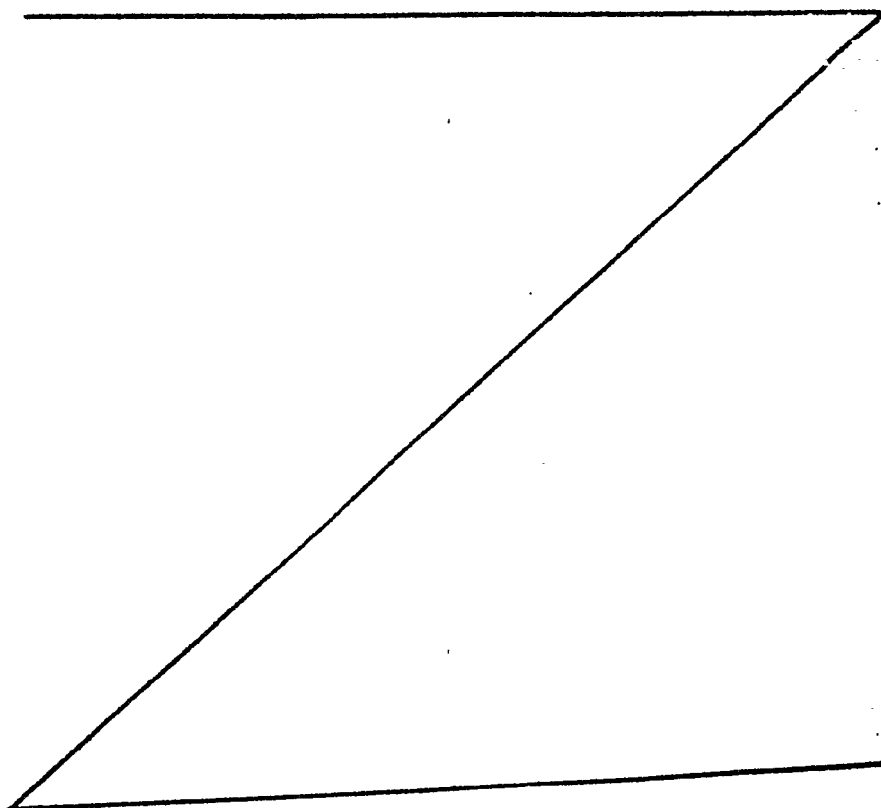


402987

de detergente sintético. La tela se lavó totalmente en agua y se secó. La resistencia a la llama de la tela se midió por el ensayo de llama vertical del Ejemplo 2.

5. La cantidad de fósforo activo fijado a la tela se determinó para algunas de las telas tratadas por análisis de la tela luego de un lavado.

Los resultados se dan en la Tabla IV.





402987

TABLA IV

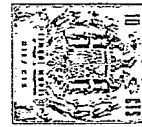
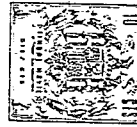
402987

Nº	Producto de Ej.1		Urea		Dimetilol melamina		Durabilidad		% P en tela
	% en baño	% P EPT	% en baño	% EPT	% en baño	% EPT	Nº de lavados	Alo. Hidrol.	
a	25,5	2,5	0	0	2	2	< 10	-	1,70
b	"	"	"	"	8	8	< 10	-	-
c	"	"	2,5	2,5	0	0	< 10	No	-
d	"	"	"	"	2	2	< 10	SI	-
e	"	"	"	"	4	4	25-40	SI	-
f	"	"	"	"	8	8	< 50	SI	2,32
g	"	"	5	5	0	0	25-40	SI	-
h	"	"	"	"	2	2	< 50	SI	2,21
i	"	"	"	"	4	4	< 50	SI	-
j	"	"	7,5	7,5	0	0	< 50	No	2,44
k	"	"	"	"	2	2	< 50	No	-
l	"	"	"	"	4	4	< 50	SI	-
m	"	"	10	10	0	0	10-20	No	-
n	25,5	2,5	"	"	2	2	25-40	No	-

402987

TABLA IV

<u>Nº</u>	<u>Producto de Ej.1</u>		<u>Urea</u>		<u>Dimetil</u> <u>% en</u> <u>baño</u>
	<u>% en</u> <u>baño</u>	<u>% P</u> <u>EPT</u>	<u>% en %</u> <u>baño EPT</u>		
a	25,5	2,5	0	0	2
b	"	"	"	"	8
c	"	"	2,5	2,5	0
d	"	"	"	"	2
e	"	"	"	"	4
f	"	"	"	"	8
g	"	"	5	5	0
h	"	"	"	"	2
i	"	"	"	"	4
j	"	"	7,5	7,5	0
k	"	"	"	"	2
l	"	"	"	"	4
m	"	"	10	10	0
n	25,5	2,5	"	"	2



402987

<u>Dimetilol melamina</u>		<u>Durabilidad</u>		<u>% P en tela</u>
<u>% en bño</u>	<u>% EPT</u>	<u>Nº de lavados</u>	<u>Alo. Hidrol.</u>	
2	2	< 10	-	1,70
8	8	< 10	-	-
0	0	< 10	No	-
2	2	< 10	Si	-
4	4	25-40	Si	-
8	8	< 50	Si	2,32
0	0	25-40	Si	-
2	2	< 50	Si	2,21
4	4	< 50	Si	-
0	0	< 50	No	2,44
2	2	< 50	No	-
4	4	< 50	Si	-
0	0	10-20	No	-
2	2	25-40	No	-

402987

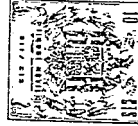
402987



o	25,5	2,5	10	10	4	> 50	No	-
p	"	"	"	"	8	> 50	S1	2,29
q	30,6	3,0	2,5	2,5	0	< 10	S1	-
r	"	"	"	"	2	10-20	S1	-
s	"	"	"	"	4	> 50	S1	-
t	"	"	5	5	0	> 50	S1	-
u	"	"	"	"	2	> 50	S1	-
v	"	"	7,5	7,5	0	> 50	S1	-
w	35,7	3,5	0	0	2	< 10	-	-
x	"	"	"	"	8	< 10	-	-
y	"	"	2,5	2,5	0	10	No	1,75
z	"	"	"	"	2	25-40	S1	-
aa	"	"	"	"	4	> 50	S1	-
bb	"	"	5	5	0	> 50	S1	-

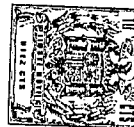
402987

o	25,5	2,5	10	10		4
p	"	"	"	"		8
q	30,6	3,0	2,5	2,5		0
r	"	"	"	"		2
s	"	"	"	"		4
t	"	"	5	5		0
u	"	"	"	"		2
v	"	"	7,5	7,5		0
w	35,7	3,5	0	0		2
x	"	"	"	"		8
y	"	"	2,5	2,5		0
z	"	"	"	"		2
aa	"	"	"	"		4
bb	"	"	5	5		0



402987

4	4	> 50	No	-
8	8	> 50	Si	2,29
0	0	< 10	Si	-
2	2	10-20	Si	-
4	4	> 50	Si	-
0	0	> 50	Si	-
2	2	> 50	Si	-
0	0	> 50	Si	-
2	2	< 10	-	-
8	8	< 10	-	-
0	0	10	No	1,75
2	2	25-40	Si	-
4	4	> 50	Si	-
0	0	> 50	Si	-



402987

- Este ejemplo demuestra que puede obtenerse un retardo de llama durable sobre materiales textiles celulósicos aplicando un acabado que contiene un producto preparado por el procedimiento del Ejemplo 1 y urea. También demuestra que urea o urea más un condensado de melamina-formaldehído debe emplearse en cantidades suficientes para una máxima durabilidad del acabado. También demuestra que una cierta mínima cantidad de fósforo activo debe fijarse sobre la tela para un retardo de llama durable, y que la cantidad fijada no solamente depende de la cantidad de producto que contiene fósforo utilizada, pero también de la cantidad de urea o urea más condensado de melamina-formaldehído utilizada.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 7

15. Se prepararon cuatro baños rellenadores acuosos con las composiciones dadas en la Tabla V. Los baños rellenadores se aplicaron mediante un procedimiento de relleno común a láminas de algodón obteniendo un recogimiento en húmedo de 36 %. Las telas tratadas contenían la cantidad de fósforo activo y nitrógeno dada en la Tabla V. Las telas A y B se secaron a 121°C durante 3 min y se curaron a 177°C durante 3 min. Las telas C y D se secaron y se curaron a 177°C durante 6 min. El secado y curado se hizo en hornos que tenían una circulación forzada de aire. La durabilidad a lavado de cada acabado re-
- 20.
- 25.



402987

tardador de llama se determinó mediante el procedimiento del Ejemplo 2. Los resultados se dan en la Tabla V.

TABLA V

<u>Composición de baño rellenedor</u>		<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
5.	Producto del Ej. 1 (9,8% P Activo)	29,8%	29,8%	29,8%	29,8%
	Urea	7,0%	-	7,0%	-
	Metilol Urea <sup>(1)</sup> (60% sólidos)	-	19,4%	-	19,4%
	<u>Tela tratada</u>				
10.	% P Activo (ept)	2,5%	2,5%	2,5%	2,5%
	% Urea (ept)	6,0%	-	6,0%	-
	% Metilol Urea <sup>(1)</sup> (ept)	-	10,0%	-	10,0%
	% Nitrógeno (ept)	2,8%	2,8%	2,8%	2,8%
	Durabilidad, N° de lavado	30	60	30	60

15. <sup>(1)</sup> 1,3 moles formaldehído combinado por mol de urea.

Este ejemplo demuestra que cuando las operaciones de secado y curado se llevan a cabo en un horno de aire forzado, se obtiene una mejor durabilidad del acabado retardador de llama utilizando una urea metilolada en lugar de urea en sí. También demuestra que el secado y curado puede realizarse en una operación.

EJEMPLO 8

25. Se prepararon seis baños rellenedores con las composiciones dadas en la Tabla VI. Los baños rellenedores se aplicaron por relleno a lámina de algodón obtenien-



402987

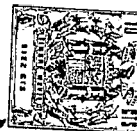
do un recogimiento en húmedo de 85%. Las telas tratadas, que contenían 2,65% ept de fósforo activo y 3,0% ept de nitrógeno, se secaron a 121°C durante 3 min y se curaron a 177°C durante 3 min en hornos que tenían una circulación forzada de aire. La durabilidad de cada acabado retardador de llama se determinó mediante el procedimiento del Ejemplo 2.

Los resultados se dan en la Tabla VI.

TABLA VI

Composición de baño relleno	A	B	C	D	E	F
Producto del Ej.1 (9,8% P activo)	31,7%	31,7%	31,7%	31,7%	31,7%	31,7%
Urea	7,5%	7,5%	-	-	-	-
Formaldehido (real)	-	3,75%	-	-	-	-
Relación molar de metilol urea						
Formaldehido/urea	-	1,0	0,7	1,0	2,0	3,6
Cantidad, sólidos	-	-	10,1%	11,2%	15,0%	21,0%
Durabilidad, N° de lavados	20	30	40	50	50	10

Este ejemplo demuestra que cuando las telas tratadas secan y se curan en un horno con circulación forzada de aire, es ventajoso emplear un condensado de urea-formaldehido en lugar de urea, y utilizar un condensado preformado en lugar de confiar en la formación del condensado in situ a partir de urea y formaldehido. También demuestra que para mejo-



402987

res resultados el condensado de urea-formaldehído deberá contener no más de aproximadamente 3 moles de formaldehído por mol de urea.

EJEMPLO 9

5. Una mezcla de 108 g de agua y 540 g de una solución acuosa que contiene 470 g (3,79 moles) de tris(hidroximetil)fosfina y 23 g de formaldehído, se agregó a una temperatura por debajo de 40°C, 146 g de ácido ortofosfórico al 85 % (1,26 mol de  $H_3PO_4$ ) seguido por 207 g de formaldehído acuoso al 44% (3,79 mol de formaldehído total). La relación molar de tris(hidroximetil)fosfina formaldehído/ácido fosfórico era de 1/1/0,33. La mezcla de reacción se calentó a 50°C durante 1 hr. El producto era una solución acuosa de tris(hidroximetil)fosfina, formaldehído y fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio en una relación molar aproximada de 0,67/0,67/0,33. La solución contenía 70 % de sólidos.

EJEMPLO 10

20. A 50 g del producto del Ejemplo 9 se agregaron 6,5 g (0,108 mol) de ácido acético glacial. La relación molar de tris(hidroximetil)fosfina/formaldehído/ácido fosfórico/ácido acético era de 1/1/0,33/0,57. El producto era una solución acuosa de acetato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio, fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio, tris(hidroximetil)fosfina y formaldehído en una rela-



402987

ción molar aproximada de 0,57/0,33/0,1/0,1. La solución contenía 73,5% de sólidos.

EJEMPLO 11

5. A 50 g de solución del producto del Ejemplo 9 (equivalente a 0,19 mol) de tris(hidroxi metil)fosfina, se agregaron 11 g (0,11 mol) de ácido clorhídrico al 36%. La relación molar de tris(hidroxi metil)fosfina/formaldehído/ácido fosfórico/ácido clorhídrico era de 1/1/0,33/0,57. El producto era una solución acuosa de

10. cloruro de tetraquis(hidroxi metil)fosfonio, fosfato de tetraquis(hidroxi metil)fosfonio, tris(hidroxi metil)fosfina y formaldehído en la relación molar aproximada de 0,57/0,33/0,10/0,10. La solución contenía 64% de sólidos.

EJEMPLO 12

15. Se prepararon tres baños rellenadores acuosos con las composiciones dadas en la Tabla VII. Los porcentajes son en base al por ciento en peso de sólidos.

TABLA VII

Composición de baño rellenador	A	B	C
20. Producto del Ejemplo 9	15%	-	-
Producto del Ejemplo 10	-	15%	-
Producto del Ejemplo 11	-	-	15%
Resina C <sup>(1)</sup>	9,3%	9,3%	9,3%
Urea	9,0%	9,0%	9,0%

25.

(1)

Trimetilol melamina parcialmente metilada.



402987

Muestras de láminas de algodón se rellenaron con los baños rellenadores obteniendo un recogimiento en húmedo de 95%. Las telas tratadas se secaron a 107°C durante 4 min y se curaron a 163°C durante 4 min. Las telas luego se lavaron en agua caliente y se secaron. La durabilidad de los acabados con relación a lavados se determinó mediante el procedimiento del Ejemplo 2.

5. El acabado retardador de llama provisto por el baño rellenador A fué durable por sobre 50 lavados, y los acabados provistos por los baños rellenadores B y C fueron durables por sobre 65 lavados. Las manos de los acabados tratados con los baños rellenadores A y B fueron esencialmente iguales a las de las telas no tratados, mientras que las telas tratadas con el baño rellenador C fué mucho más firme y rigurosa que la tela original.

10. Este ejemplo demuestra que (1) la durabilidad al lavado de un acabado que contiene una cantidad mayor de tris(hidroxiometil)fosfina y una cantidad menor de fosfato de tetraquis(hidroxiometil)fosfonio puede mejorarse convirtiendo una parte principal de la tris(hidroxiometil)fosfina en acetato o cloruro de tetraquis(hidroxiometil)fosfonio, y (2) que el acabado mejorado que contiene el componente de acetato de fosfonio tiene poco o ningún efecto sobre la mano del acabado, mientras que el
15. acabado que contiene el componente de clorhidrato de fos-
- 20.
- 25.



402987

fonio tiene un efecto de rigidez inaceptable sobre la tela.

EJEMPLO 13

5. Se agitó a aproximadamente 20°C durante 2 hr una mezcla de 212 g de tris(hidroximetil)fosfina al 91% (1,56 mol), 126 g de formaldehido acuoso al 37% (1,56 moles) y 45 g de agua. Se agregó ácido acético glacial (94 g, 1,56 moles) a una temperatura por debajo de 40°C y la mezcla se agitó durante 1 hr. La relación molar de tris(hidroximetil)fosfina/formaldehido/ácido acético era de 1/1/1. El producto era una solución acuosa de esencialmente acetato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio. La solución contenía 70% de sólidos.
- 10.

EJEMPLO 14

15. Un baño rellenador acuoso que contenía 15,7 % de sólidos del producto del Ejemplo 13 (2,5% de fósforo activo en el baño), 7,9% de trimetilol melamina parcialmente metilada y 9,0% de urea se rellenó en lámina de algodón obteniendo un recogimiento en húmedo de 95%. La tela se secó a 107°C durante 4 min, se curó a 163°C durante 4 min, se lavó por tratamiento con agua caliente y se secó.
- 20.

El acabado retardador de llama fué durable durante 40 lavados cuando se ensayó mediante el procedimiento del Ejemplo 2. Se notó un olor en la tela.

25. Este ejemplo demuestra que una solución de



402987

acetato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio provee un acabado retardador de llama que es menos durable que los productos de la presente invención.

EJEMPLO 15

5. Una mezcla de 150 g (1,075 mol) de tris(hidroximetil)fosfina al 89%, 78,5 g (1,5 mol) de formaldehido al 44%, 124,4 g (1,075 mol) de ácido ortofosfórico y 38 g de agua se agitó a una temperatura por debajo de 40°C, durante aproximadamente 1 hr. La relación molar de tris(hidroximetil)fosfina/formaldehido/ácido fosfórico era de 1/1/1. El producto era una solución acuosa de fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio. La solución contenía 70% de sólidos.
- 10.

EJEMPLO 16

15. Se prepararon dos baños rellenadores acuosos. Cada baño rellenador contenía 20,3% de sólidos (2,5% de fósforo activo) del producto del Ejemplo 15, 8,7% de urea y, en el baño rellenador A, 9,3 % de dimetilol melamina o, en el baño rellenador B, 9,3% de trimetilol melamina parcialmente metilada. Los baños rellenadores se rellenaron en láminas de algodón obteniendo un recogimiento en húmedo de 95%. Las telas se secaron a 107°C durante 4 min, se curaron a 163°C durante 4 min, se lavaron por tratamiento con agua caliente y se secaron.
- 20.
25. Los acabados retardadores de llamas fueron



402987

durables durante por lo menos 100 lavados cuando se ensayaron mediante el procedimiento del Ejemplo 2. La mano de las telas tratadas, cuando se compararon con las telas no tratadas, era insatisfactorio debido a la rigidez y firmeza.

5.

Este ejemplo demuestra que una solución de fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio provee un acabado retardador de llama durable, pero que la mano de la tela tratada es inaceptable.

10.

EJEMPLO 17

Una mezcla de 13.250 g de tris(hidroximetil)fosfina al 91%, 8400 g de formaldehido al 37%, 4530 g de ácido ortofosfórico al 85% y 1290 g de agua se agitaron a 50°C durante 1 hr. Una relación molar de tris(hidroximetil)fosfina/formaldehido/ácido fosfórico era 1/1/0,43. El producto era una solución acuosa de tris(hidroximetil)fosfina, formaldehido y fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio en la relación molar aproximada de 0,57/0,57/043. La solución contenía 70% de sólidos.

15.

20.

EJEMPLO 18

Una mezcla de 2000 g del producto del Ejemplo 17 y 248 g de ácido acético glacial se agitó a 50°C durante 1 hr. La relación molar de tris(hidroximetil)fosfina/formaldehido/ácido fosfórico/ácido acético era de 1/1/0,43/0,57. El producto era una solución acuosa de ace-

25.



402987

tato de tetraquis(hidroxitometil)fosfonio y fosfato de tetraquis(hidroxitometil)fosfonio en una relación molar de aproximadamente 0,57/0,43. La solución contenía 70% de sólidos.

5.

EJEMPLO 19

Una mezcla de 500 g del producto del Ejemplo 17 y 31 g de ácido acético glacial se agitó a 50°C durante 1 hr. La relación molar de tris(hidroxitometil)fosfina/formaldehído/ácido fosfórico/ácido acético era aproximadamente de 1/1/0,43/0,30. El producto era una solución acuosa de acetato de tetraquis(hidroxitometil)fosfonio, fosfato de tetraquis(hidroxitometil)fosfonio, tris(hidroxitometil)fosfina y formaldehído en relación molar de aproximadamente 0,30/0,43/0,27/0,27. La solución contenía 72,5% de sólidos.

10.

15.

EJEMPLO 20

Una mezcla de 600 g del producto del Ejemplo 17 y 18,6 g de ácido acético glacial se agitó a 50°C durante 1 hr. La relación molar de tris(hidroxitometil)fosfina/formaldehído/ácido fosfórico/ácido acético era aproximadamente de 1/1/0,43/0,15. El producto era una solución acuosa de acetato de tetraquis(hidroxitometil)fosfonio, fosfato de tetraquis(hidroxitometil)fosfonio, tris(hidroxitometil)fosfina y formaldehído en relación molar de aproximadamente 0,15/0,43/0,42. La solución contenía 72% de sólidos.

20.

25.

EJEMPLO 21

402987



Se prepararon tres baños rellenos acuosos con las composiciones dadas en la Tabla VIII. Se utilizaron suficientes productos que contenían fósforo para proveer aproximadamente 2,5% de fósforo activo en el paso de la tela.

5.

TABLA VIII

<u>Composición de baño relleno</u>	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>
Producto del Ejemplo 18	25 %	-	-
Producto del Ejemplo 19	-	23 %	-
10. Producto del Ejemplo 20	-	-	23, %
Resina B(1)	9 %	9 %	9 %
Urea	9 %	9 %	9 %
(1) Dimetilol melamina			

15.

Muestras de láminas de algodón se rellenaron con los baños rellenos obteniendo un recogimiento en húmedo de 95%. Las telas tratadas se secaron a 107°C durante 4 min y se curaron a 163°C durante 4 min. Las telas se lavaron en agua caliente y se secaron.

20.

La durabilidad de los acabados con relación a lavado se determinó mediante un procedimiento de ensayo vigoroso que consistía en lavar repetidamente las telas tratadas en una máquina de lavar Najort común utilizando agua a 93°C, ceniza de sosa, jabón y un detergente sintético.

25.

Luego de seis lavados, la resistencia a la llama de cada



402987

tela se midió mediante el procedimiento del Ejemplo 2. La longitud de carbonización de las telas A, B y C era de 7,62; 10,92 y 6,86 cm respectivamente. Para comparación, el retardo de llama de la tela tratada con el baño relleno-  
5. el procedimiento de lavado del Ejemplo 2.

Este Ejemplo demuestra que se obtiene un retardo de llama esencialmente igual mediante el uso de productos que contienen cantidades iguales de fosfato de tetraquis (hidroximetil)fosfonio y cantidades diversas de acetato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio.  
10.

EJEMPLO 22

Cinco muestras, A, B, C, D y E, de retardadores de llama acuosos de aproximadamente el mismo contenido de sólidos se almacenaron en tubos de recolección de gas a 50°C. Las relaciones molares de tris(hidroximetil)fosfina/formaldehído/ácido fosfórico/ácido acético utilizadas para preparar las muestras se dan en la Tabla IX.  
15.

TABLA IX

20.	Composiciones	Relaciones Molares			
		THP	HCHO	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	CH <sub>3</sub> COOH
	Muestra A	1	1	0,4	-
	Muestra B	1	1	0,43	0,15
	Muestra C	1	1	0,43	0,3
	Muestra D	1	1	0,4	0,6
25.	Muestra E	1	1	0,33	0,66

402987



El volúmen del gas liberado por cada muestra se midió a intervalos de tiempo. La Tabla X más abajo, da el volúmen de gas a diversos tiempos transcurridos.

TABLA X

5.	Muestra	Volúmen (ml) total de gas con almacenamiento en horas indicado											
		1	6	7	17	20	22	25	28	41	47	94	113
	A	2	-	-	55	73	82	95	-	160	-	-	-
	B	-	0	-	-	-	-	-	-	-	-	55	-
10.	C	-	-	-	0,1	-	1	1,5	-	-	-	-	25
	D	0	-	-	1	1	1	1,5	-	2	-	-	-
	E	-	-	0	-	-	-	-	0	-	1	-	-

Este ejemplo demuestra la estabilidad relativamente superior de soluciones de producto de la presente invención (Muestras D y E) con relación a soluciones similares (Muestras A y C) preparadas con nada de ácido acético. También muestra el aumento progresivo en la estabilidad a medida que la cantidad del ácido acético se aumenta y la cantidad de tris(hidroximetil)fosfina no cuaternizada se disminuye.

EJEMPLO 23

Se siguió el procedimiento general del Ejemplo 22 utilizando dos productos, A y B, preparados con tris(hidroximetil)fosfina/formaldehido/ácido fosfórico/ácido acético con relaciones molares de 1/1/0,33/0,66 y 1/1/0,33/0,33 respectivamente. Los resultados se dan en la Tabla XI.



402987

TABLA XI

	<u>Horas totales</u>	<u>Volúmen (ml) de gas</u>	
		<u>A</u>	<u>B</u>
	4	0	3
5.	7	0	6
	23	0	17
	28	0	22
	31	0,12	25
	47	1	35

10. Este ejemplo demuestra nuevamente la mayor estabilidad de un producto que no tiene tris(hidroximetil)fosfina no cuaternizada con relación a uno que contiene tris(hidroximetil)fosfina no cuaternizada.

EJEMPLO 24

15. A un recipiente de reacción, que contiene tris(hidroximetil)fosfina (65 g, 0,5 mol como una composición pura al 95%) y formaldehído (41,6 g, 0,625 mol como una solución acuosa al 45%) se agregó, a una temperatura de 45-50°C, ácido ortofosfórico al 85% (23 g, 0,2 mol), ácido acético glacial (18 g, 0,3 mol) y agua (24,4 g).

20. Luego de la adición, la mezcla se calentó a 50°C durante 2 hr para lograr la formación de la mezcla de sal deseada, es decir, fosfato y acetato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio. La solución contenía aproximadamente 9% de fósforo activo de THP.

25.

EJEMPLO 25



402987

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 24 utilizando ácido glicólico al 70% (32,5 g, 0,3 mol) y 10 g de agua en lugar del ácido acético glacial y la muestra de 24,4 g de agua utilizada en el mismo.

5. Se produjo el producto deseado, que contenía una mezcla de sales de fosfato y glicolato de tetraquis (hidroximetil)fosfonio y un contenido de fosforo activo de 9%.

EJEMPLO 26

10. Se repitió el procedimiento del Ejemplo 24 utilizando ácido láctico al 85% (31,8 g, 0,3 mol) y 10.6 g de agua en lugar del ácido acético glacial y la muestra de 24,4 g de agua utilizado en el mismo.

15. Se produjo el producto deseado, que contenía una mezcla de sales de fosfato y lactato de tetraquis (hidroximetil)fosfonio.

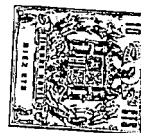
La solución contenía aproximadamente 9% de fosforo activo de THP.

EJEMPLO 27

20. Se repitió el procedimiento del Ejemplo 24 utilizando ácido málico (40 g, 0,3 mol) en lugar del ácido acético glacial utilizado en el mismo.

25. Se produjo el producto deseado, que contenía una mezcla de sales de fosfato y malato de tetraquis (hidroximetil)fosfonio.

402987



La solución contenía aproximadamente 8,1% de fósforo activo de THP.

EJEMPLO 28

5. Se repitió el procedimiento del Ejemplo 24 utilizando el monohidrato de ácido cítrico (31,5 g, 0,15 mol) y 10,9 g de agua en lugar del ácido acético glacial y muestra de 24,4 g de agua utilizado en el mismo.

10. Se produjo el producto deseado, que contenía una mezcla de sales de fosfato y citrato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio.

La solución contenía aproximadamente 9% de fósforo activo de THP.

EJEMPLOS 29 a 33

15. Se prepararon cinco baños rellenadores utilizando las composiciones de los Ejemplo 24-28, designadas A a E, respectivamente. Las composiciones de baño rellenador están en cada caso señaladas en la Tabla XII más abajo. Los baños se aplicaron a láminas de algodón por relleno, teniendo un recogimiento en húmedo de 35%.

20. Las telas tratadas se secaron a 107°C durante 4 min y se curaron a 163°C durante 4 min en hornos que tienen una circulación forzada de aire.

25. La durabilidad de cada acabado retardador de llama con relación a limpieza se determinó mediante el procedimiento del Ejemplo 2.

402987



Los resultados logrados se señalan en la Tabla XIII más abajo.

TABLA XII

Ejemplo	Sales de fosfonio		Urea	Agente		
	Nº	Tipo	%	Tensioactivo <sup>(a)</sup> %	pH	
5.	29	A	27,8	6,0	0,1	4,95
	30	B	27,8	6,0	0,1	4,55
	31	C	27,8	6,0	0,1	4,65
	32	D	30,9	6,0	0,1	3,8
	10.	33	E	27,8	6,0	0,1

(a) Deceresol<sup>R</sup> Surfactant NI Conc., un agente tensioactivo de polietoxi alquil fenol no iónico de American Cyanamid Company.

TABLA XIII

Ejemplo Nº	Longitud de carbonización (centímetros) con Nº de lavados (L)								
	10 L	25 L	40 L	50 L	60 L	70 L	80 L	100 L	
15.	29	11,94	10,16	12,70	11,43	12,95	13,75	12,95	13,97
	30	10,92	12,19	12,70	13,21	12,70	13,97	12,95	13,46
20.	31	11,18	11,43	13,97	13,46	13,21	12,45	12,70	12,70
	32	11,43	12,45	13,21	14,48	13,46	13,21	21,08	13,21
	33	12,70	13,72	22,10	16,76	13,46	14,48	14,22	13,72

NOTA

25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, de-

402987



- be hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Norteamérica con fecha y número siguientes: 27 de mayo de 1971, nº 147.566 y 11 de noviembre de 1971, nº 197.980; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor. Siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: Procedimiento para la obtención de una composición acuosa de acabado, retardadora de la llama; caracterizándose por lo siguiente:
5. 1.- Procedimiento para la obtención de una composición acuosa de acabado, retardadora de la llama, para materiales textiles celulósicos, caracterizado porque comprende hacer reaccionar, tris(hidroximetil)fosfina, con formaldehído y una combinación de ácido fosfórico y un ácido carboxílico, al menos en una proporción molar de 1:1:1,
  10. representando el ácido fosfórico entre 10 y 75 moles por ciento y el ácido carboxílico entre 90 y 25 moles por ciento de la combinación de ácidos, y combinar el producto de la reacción con un miembro seleccionado del grupo formado por la urea, un condensado urea-formaldehído y mezclas
  15. de urea con condensados de urea formaldehído.
  - 20.
  - 25.





402987

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende combinar de 10 a 75 moles por ciento de fosfato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio, entre 90 y 25 moles por ciento de carboxilato de tetraquis(hidroximetil)fosfonio y entre 0,5 y 3,0 moles de urea o condensado de urea-formaldehído por mol de sal de fosfonio combinada.

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende combinar el formaldehído en una proporción tal que éste esté presente en la composición formada, en estado libre, en una proporción comprendida entre 0 y 0,5 moles por mol de sal de fosfonio combinada.

15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende combinar de 0 a 1 mol de condensado de melamina-formaldehído por mol de sal de fosfonio combinada.

20. 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el citado ácido carboxílico se elige de entre los ácidos acético, láctico, glicólico, málico y cítrico.

25. 6.- Procedimiento para la obtención de una composición acuosa de acabado, retardadora de la llama; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.



402987



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

Madrid, 23 AGO. 1972

AMERICAN CYANAMID COMPANY

J. GOMEZ ACEBO Y MODET  
En p. Firmado: L. Gacia Fernández