

CASE 1-7727/+

406514



406514

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

Int. Cl. C 07 F, D 06 B

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

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es un procedimiento para la preparacion de productos de condensación solubles en agua, a base de compuestos de hidroximetilfosfonio, caracterizado por condensarse a temperatura de 40 a 120°C

5. (a) un mol de un compuesto de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio con (b) 0,02 a 0,2 moles, preferentemente 0,05 a 0,15 moles de urea, y eventualmente en presencia de un disolvente orgánico inerte, y eterificarse eventualmente,

10. por lo menos en parte, los grupos hidroxílicos libres con por lo menos un alcohol con de 1 a 4 átomos de carbono y eventualmente transformarse las sales de los productos de condensación en los hidróxidos respectivos.

406514



5. La condensación se efectúa de preferencia a temperatura de 70 a 110° C en medio acuoso. Sin embargo también es posible trabajar en un disolvente o mezcla de disolventes orgánicos inertes. Son aptos para ello sobre todo los hidrocarburos aromáticos, como por ejemplo, el tolueno, el benceno o una mezcla de ellos.

10. Es posible asimismo efectuar la condensación en ausencia de disolvente orgánico inerte; por ejemplo, sirviéndose como disolvente del producto de condensación ya preparado o condensado en fusión.

15. De conveniencia se procede calentando a punto de ebullición el compuesto de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio, que ordinariamente se halla en forma de solución acuosa, junto con el componente (b), eventualmente en un disolvente, y destilando el agua. En calidad de compuesto de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio entran en cuenta sobre todo las sales y el hidróxido.

20. Son sales apropiadas de tetrakis(hidroximetil)-fosfonio, por ejemplo, el formiato, el acetato, el fosfato o el sulfato o los haluros, como por ejemplo, el bromuro o en especial el cloruro. El cloruro de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio se designa en lo que sigue como THPC.

25. Siempre que se emplee como producto de partida el hidróxido de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio (THPOH), es conveniente preparar éste de antemano mediante neutralización en solución acuosa con una base (por ejemplo, hidróxido sódico), a partir de una sal respectiva (por ejemplo, THPC), y deshidratación consecutiva.

406514



5. La eterificación que eventualmente se realiza del producto de condensación que contiene todavía grupos hidroxílicos libres se lleva a cabo, por ejemplo, con n-butanol, n-propanol, etanol o, en particular metanol. Se atúa entonces de preferencia en medio ácido.

10. Los catalizadores ácidos que eventualmente se emplean en la condensación son de preferencia sales de acción ácida (ácidos de Lewis), como cloruro de magnesio, cloruro de hierro trivalente, nitrato de cinc o trifluoruro de boro/ éter distílico. El empleo simultáneo de estos catalizadores es recomendable particularmente para la condensación con THPOH.

15. Terminada la condensación y eventual eterificación, las sales de los productos de la condensación pueden también ser transformadas, totalmente o en parte, en los hidróxidos respectivos, lo cual se realiza normalmente por adición de bases fuertes, como hidróxidos alcalinos o alcalinotérreos (por ejemplo, hidróxido sódico, hidróxido potásico o hidróxido cálcico) o también carbonato sódico. La cantidad de base se ajusta entonces convenientemente de modo que el pH de la mezcla sea de 5 a 8 aproximadamente. Esta transformación se lleva a cabo de conveniencia en el baño de aplicación.

25. Muchas veces los productos finales presentan un olor ingrato, causado por compuestos de fósforo trivalente volátiles, de peso molecular bajo (por ejemplo, fosfinas, como la trihidroximetilfosfina). Este olor puede eliminarse mediante un tratamiento oxidativo pos-



terior del producto de la condensación; por ejemplo, mediante introducción de aire u oxígeno en la mezcla reaccional o mediante adición de oxidantes (como peróxido de hidrógeno o persulfato potásico).

5.

Los productos de esta condensación se utilizan para ignifugar el material de fibra orgánico, particularmente los géneros textiles. Se procede convenientemente aplicando a estos materiales una preparación acuosa que contenga a lo menos:

10.

1) un producto de condensación del tipo que se ha indicado y

2) un compuesto polifuncional que sea distinto de los productos de condensación según 1),

y acabando los materiales así tratados, mediante el pro-

15.

ceso de fijación por almacenamiento en húmedo, por almace-

namiento en mojado, o en especial por amoniaco, o de preferencia mediante el procedimiento de fijación térmica.

20.

El compuesto 2) está constituido preferentemente por epóxidos polifuncionales o, sobre todo, por compuestos de nitrógeno polifuncionales. En concepto de epóxidos entran en cuenta sobre todo los epóxidos, líquidos a la temperatura del ambiente y con dos grupos epoxídicos a lo menos, que se derivan preferentemente de fenoles polivalentes. Compuestos de nitrógeno polifuncionales son, por ejemplo, las polialquilenpoliaminas o en particular, los formadores de aminoplasto o los precondensados aminoplásticos. Se prefieren estos últimos.

25.

406514



- Por formadores de aminoplasto se entienden los compuestos de nitrógeno metilolables; y por precondensados aminoplásticos, los productos de adición de formaldehído a compuestos de nitrógeno metilolables. En
5. concepto de formadores de aminoplasto y respectivamente de compuestos de nitrógeno metilolables cabe reseñar:
- las 1,3,5-aminotriacinas, como las melaminas N-sustituídas, por ejemplo N-butilmelamina, N-trihalogenmetilmelaminas, triazonas y asimismo
10. amelina; y guanaminas, por ejemplo benzoguanaminas, acetoguanaminas o también diguanaminas.
- Entran además en cuenta: la cianamida, la acrilamida, las alquil- o aril-ureas y -tioureas, las alquilen-ureas o -diureas, por ejemplo urea, tiourea, uronas,
15. etilenurea, propilenurea, acetilendiurea o en particular la 4,5-dihidroxiimidazolidona-2 y sus derivados (por ejemplo, la 4,5-dihidroxiimidazolidona-2 substituida en posición 4 junto al grupo hidroxílico con el radical
20.  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{OH}$ ). Se emplean con preferencia los compuestos metilólicos de una urea, una etilenurea o en especial de la melamina. De los productos de la máxima metilolación resultan por lo general productos valiosos, pero éstos se obtienen también de productos de metilolación baja, por ejemplo metilolmelaminas eterificadas o no eterificadas, como la di- o tri-metilolmelamina,
25. o bien sus éteres correspondientes. En calidad de precondensados aminoplásticos son aptos tanto los aminoplastos precondensados predominantemente monomoleculares como los más altos.

406514



- También los éteres de estos precondensados amino-plásticos pueden emplearse junto con los productos de la reacción. Son ventajosos, por ejemplo, los éteres de alcanoles (como el metanol, el etanol, el n-propanol, el isopropanol y el n-butanol) o los pentanoles. Sin embargo, conviene que estos precondensados aminoplásticos sean solubles en agua, como, por ejemplo, el éter dimetílico de pentametilolmelamina o el éter dimetílico de trimetilolmelamina.
- 5.
10. Los materiales de fibra orgánicos pasibles de este apresto ignífugo son, por ejemplo, la madera, el papel, las pieles, los cueros o, preferentemente, los géneros textiles. En particular se ignifugan así materiales fibrosos de poliamidas, de celulosa, de celulosa-poliéster o de poliéster, y se prefieren los tejidos de lana, de poliéster o de mezcla de poliéster-celulosa en los que la proporción de poliéster respecto a la proporción de celulosa está en la relación de 1:4 a 2:1. Entran pues también en consideración, por ejemplo los
- 15.
20. tejidos mixtos de poliéster-celulosa llamados de 20/80, 26/74, 50/50 ó 67/33.
25. La celulosa o la porción de celulosa del material de fibra procede, por ejemplo, del lino, del algodón, de la seda artificial o de la lana celulósica. Además de las mezclas de fibra de poliéster-celulosa, entran también en cuenta las mezclas de fibra de celulosa con poliamidas naturales o sintéticas. Sobre todo pueden hacerse bien ignífugos con estos productos de condensa-

406514



ción los materiales de fibra de lana.

- Las preparaciones acuosas para la ignifugación de los materiales de fibra orgánicos contienen normalmente de 200 a 600 g por litro, y preferentemente de 350 a 450 g por litro, del componente 1) y de 20 a 200 g por litro, y preferentemente de 40 a 120 g por litro, del componente 2). Las preparaciones presentan la mayoría de las veces pH ácido hasta neutro o ligeramente alcalino.
- 5.
10. Las preparaciones para la ignifugación pueden contener todavía, eventualmente, otros suplementos. Para lograr mayor depositación de substancia en los tejidos es ventajosa, por ejemplo, la adición de 0,1 a 0,5 por mil de un polietilenglicol de peso molecular alto. Además, pueden añadirse a las preparaciones los plastificantes usuales; por ejemplo, una emulsión acuosa de polietileno o de aceite de silicona.
- 15.
20. Para mejorar la resistencia mecánica de las fibras pueden agregarse también a las preparaciones copolimerizados idóneos; por ejemplo, copolimerizados de n-metilolacilamida o asimismo copolimerizados cationactivos. Ventajosas son aquí, por ejemplo, las emulsiones acuosas de copolimerizados a base de
25. a) 0,25 a 10% de una sal alcalinotérrea de un ácido monocarboxílico insaturado alfa, beta-etilénicamente,
- b) 0,25 a 30% de una N-metilolamida o un éter N-metilolamídico de un ácido mono- o di-carboxílico insaturado alfa, be-

406514



ta-etilénicamente y

- c) 99,5 a 60% a lo menos de otro compuesto copolimerizable.

5. Estos copolimerizados y su preparación son conocidos. Con el empleo simultáneo de un copolimerizado de este tipo puede influenciarse favorablemente en la resistencia a la laceración y la resistencia al frote del material de fibra tratado.

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

15. También es posible (aunque la mayoría de las veces no resulta necesaria) la adición de catalizadores del endurecimiento, como, por ejemplo, cloruro amónico, dihidroortofosfato amónico, ácido fosfórico, cloruro magnésico, nitrato de cinc, etc.

20. El pH de las preparaciones es normalmente de 2 a 7,5 (preferentemente, de 4 a 7) y se ajusta de la manera ordinaria, por adición de bases o respectivamente de ácidos.

25. Asimismo puede ser ventajosa la adición de sustancias amortiguadoras; por ejemplo,  $\text{NaHCO}_3$ , fosfato di- y tri-sódico o trietanolamina.

Para mejorar la solidez de los aprestos ignífugos y proporcionar un tacto suave, puede ser ventajoso



agregar a las preparaciones acuosas parafinas halogenadas en combinación con un compuesto de haluro de polivinilo.

5. La aplicación de las preparaciones a los materiales de fibra se efectúa de la manera ya conocida. Preferentemente se actúa con género en piezas y se impregnan éstas en un fular que se ha cargado con la preparación a la temperatura del ambiente.

10. En el procedimiento de fijación térmico, que es el preferido, el material de fibra así impregnado debe ahora secarse y someterse a un tratamiento por calor. De conveniencia se seca a temperatura de 100° C a lo sumo. Luego se somete el material a un tratamiento térmico a temperaturas superiores a 100° C (por ejemplo, de 15. 100 a 200° C, y preferentemente de 120 a 180° C), cuya duración puede ser tanto más breve cuanto más alta sea la temperatura. La duración de este calentamiento es, por ejemplo, de 30 segundos a 10 minutos.

20. Sin embargo también es posible trabajar según el procedimiento llamado de fijación con amoníaco o además también con el procedimiento de fijación en húmedo o en mojado.

25. Si se actúa por el procedimiento de fijación en húmedo, se seca primeramente el tejido hasta una humedad residual de un 5 a 20 % y luego se le guarda de 12 a 48 horas a temperatura de unos 40 a 60° C, se le enjuaga, se le lava y se le seca. En el procedimiento de fijación en mojado se procede de modo semejante, con la diferencia de que el material de fibra se guarda com-

406514



pletamente mojado. En el procedimiento de fijación con amoniaco el material de fibra tratado, todavía en estado húmedo, se gasifica, de preferencia se enjuaga en una solución de amoniaco y a continuación se seca.

5. Cuando el medio de reacción es fuertemente ácido, puede ser conveniente un lavado final con un agente aceptor de ácido (preferentemente, con solución acuosa de carbonato sódico).

10. Los porcentajes y las partes, en los ejemplos que siguen, son partes en peso y respectivamente porcentajes en peso. Las partes en volumen se refieren a las partes en peso como el mililitro al gramo.

Ejemplo 1

15. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de termómetro y refrigerador de reflujo, se tratan durante 2 horas a 100 - 110° C de temperatura interior, 244 partes de una solución al 78% de THPC ( 1 mol) y 7,5 partes de urea (0,125 moles).

20. El producto de reacción se presenta como solución clara, que contiene 77 % de producto de condensación.

El espectro infrarrojo de este producto muestra las bandas siguientes:

	Banda ancha	alrededor de	3240 $\text{cm}^{-1}$	fuerte .
	Banda aguda	" "	2910 "	débil
25.	Espaldón ancho	" "	2850 "	medianamente fuerte
	Banda ancha	" "	2610 "	medianamente fuerte
	Espaldón ancho	" "	2450 "	débil
	Espaldón ancho	" "	2350 "	débil

406514



	Banda aguda alrededor de	2070	cm <sup>-1</sup>	mediana
	Banda ancha	" "	1650 "	medianamente fuerte
	" "	" "	1550 "	mediana
	" "	" "	1410 "	mediana
5.	Banda aguda	" "	1295 "	débil
	Banda ancha	" "	1260 "	"
	" "	" "	1190 "	medianamente débil
10.	Espaldón ancho	" "	1100 "	débil
	Banda aguda	" "	1035 "	fuerte
	Espaldón agudo	" "	910 "	medianamente fuerte
	" ancho	" "	880 "	mediano

Ejemplo 2

15. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de termómetro y refrigerador de reflujo, se condensan en la masa fundida durante dos horas a una temperatura interior de 100 - 120° C, 170,5 partes (1 mol) de THPC cristalizado, exento de agua y 7,5 partes de urea (0,125 moles). Tras el enfriado se obtiene 195 partes de un producto de condensación blanco, pastoso.

20. El espectro infrarrojo de este producto presenta las bandas siguientes:

25.	Banda ancha alrededor de	3240	cm <sup>-1</sup>	fuerte
	" aguda	" "	2920 "	débil
	Espaldón ancho	" "	3850 "	medianamente fuerte
	Banda ancha	" "	2620 "	mediana

406514



5.	Espaldón ancho alrededor de	3460	cm <sup>-1</sup>	débil
	"	"	"	"
	"	"	2350	"
	Banda aguda	"	2070	medianamente débil
	Banda ancha	"	1640	medianamente fuerte
	"	"	1550	medianamente débil
	"	"	1410	mediana
	" aguda	"	1300	débil
10.	"	"	1260	"
	" ancha	"	1195	medianamente débil
	" aguda	"	1040	" fuerte
	Espaldón agudo	"	920	mediano
15.	Banda ancha	"	880	medianamente débil

Ejemplo 3

20. En un recipiente agitador de 1000 partes en volumen de capacidad, provisto de separador de agua y termómetro, se calientan hasta el punto de ebullición, con agitación rápida, 488 partes de una solución acuosa de THPC al 78 % (2 moles), 2,4 partes de urea (0,04 moles) y 400 partes de tolueno. Al punto de ebullición de 91° C empieza el desprendimiento azeotrópico del agua de la solución acuosa de THPC, así como del agua formada mediante la condensación (en total 108,5 partes de agua),

25. Después de la exclusión de esta dosis de agua la temperatura de ebullición es de 107° C, sin que sin embargo se forme otra agua. Se enfría a 90° C, se disuelve el producto mediante adición de 200 partes de agua y se se-

406514



para por succión la mayor parte del xileno. Se evapora completamente la solución acuosa, en vacío y a 70° C.

Se obtienen 384 partes de un producto de condensación rojizo, parcialmente cristalino.

5. El espectro infrarrojo de este producto muestra las bandas siguientes:

	Banda ancha	alrededor de	3240	cm <sup>-1</sup>	fuerte
	"	aguda	"	2920	débil
	Espaldón ancho	"	"	3240	modiano
10.	Banda ancha	"	"	3620	modiano
	Espaldón ancho	"	"	2470	débil
	"	"	"	2350	débil
	Banda aguda	"	"	2070	medianamente débil
	"	ancha	"	1630	medianamente fuerte
15.	"	"	"	1550	débil
	"	"	"	1410	mediana
	"	aguda	"	1395	débil
	"	ancha	"	1195	débil
	"	aguda	"	1040	fuerte
20.	Espaldón agudo	"	"	930	mediano
	Espaldón ancho	"	"	375	medianamente débil

Ejemplo 4

25. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de termómetro y refrigerador de reflujo, se neutralizan a un pH de 7,2, 244 partes de una solución acuosa al 78 % de THPC (1 mol) con 59 partes de solución acuosa al 30% de hidróxido sódico y a continuación se adicionan 12 partes (0,2 moles) de

406514



urea. Luego se condensa durante 2 horas a 100-105° C. de temperatura interior. A continuación el agua se elimina a 60° C en vacío.

5. Se obtienen 184 partes de un producto de condensación viscoso, que contiene 25,5 partes de NaCl.

El espectro infrarrojo de este producto muestra las bandas siguientes:

	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
	Banda aguda	" "	2910 "	débil
10.	Espaldón ancho	" "	2850 "	mediano
	Banda ancha	" "	2630 "	mediana
	Espaldón ancho	" "	2350 "	débil
	Banda aguda	" "	2080 "	medianamente débil
15.	" ancha	" "	1600 "	medianamente fuerte
	" "	" "	1500 "	medianamente débil
	" "	" "	1400 "	Medianamente débil
	" aguda	" "	1390 "	débil
20.	" ancha	" "	1150 "	débil
	" "	" "	1040 "	mediana
	" "	" "	390 "	mediana
	Espaldón ancho	" "	740 "	débil

25. Ejemplo 5

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se tratan 192 partes del producto de condensación obtenido en el ejemplo 3 disueltas en 80 par-

406514



372

tes de metanol, con 0,1 partes de HCl acuoso concentrado y se eterifloea durante 30 minutos a la temperatura de reflujo ( 65-66° C). El metanol en exceso se elimina a continuación en vacío y a 50° C.

5. Se obtienen 219 partes de un producto rojizo pastoso.

El espectro infrarrojo de este producto muestra las bandas siguientes:

	Banda ancha alrededor de	3240	cm <sup>-1</sup>	fuerte
10.	" aguda	"	" 2920 "	débil
	Espaldón ancho	"	" 2850 "	mediano
	"	"	" 2620 "	medianamente débil
	"	"	" 2350 "	débil
	Banda aguda	"	" 2070 "	débil
15.	" ancha	"	" 1630 "	mediana
	"	"	" 1540 "	débil
	"	"	" 1410 "	mediana
	" aguda	"	" 1395 "	débil
	" ancha	"	" 1190 "	débil
20.	" aguda	"	" 1040 "	fuerte
	Espaldón agudo	"	" 915 "	mediano
	" ancho	"	" 830 "	medianamente débil

Ejemplo 6

25. Se fulardea con los baños de la tabla 1 que sigue, tejido mixto de poliester/algodón (PES/CO) 67/33, se socca a temperatura de 80 a 100°C y a continuación se endurece durante 5 minutos a 150°C.

El tejido se lava luego durante 5 minutos a 60°C en un

406514 -9 SET.



5. baño, que contiene por litro 5 cc de superóxido de hidrógeno (al 35%), 3 g de solución de hidróxido sódico (al 30%) y 1 g de una solución acuosa al 25% de un producto de condensación a base de 1 mol p-tercinonilfenol y 9 moles de óxido de etileno. A continuación se enjuaga y seca. El grado de fijación da la dosis de producto presente sobre el material de fibra después del lavado final (calculado sobre la dosis originalmente absorbida).

10. El tejido se lava luego hasta 40 veces durante 45 minutos y a una temperatura de 60°C en una lavadora doméstica, en un baño que contiene 4 g/litro de un detergente doméstico (lavado SNV 158861).

15. Las diversas muestras de tejido se someten luego a ensayo de la resistencia a la llama (prueba vortical DIN 53906; tiempo de encendido, 6 segundos).

Los resultados están compendiados en la tabla 1 que sigue.

Tabla 1

20.

Componentes (g/l)	no tratado	tratado con baño A
producto según el ejemplo 1		715
dimetilolmelamina		96,5
pH del baño (ajustado con NaOH)		5,5
absorción de baño (%)		75
grado de fijación (%)		54
resistencia a la llama		tiempo de combustión ulterior (Seg.)/longitud de lacoración (cm)

25.

406514



Tabla 1 (continuación)

Componentes (g/l)	no tratado	tratado con baño A
después del lavado final		0 / 12
después de 20 lavados (60°C)		0 / 12
después de 40 lavados (60°C)	consumidos	3 / 10

5.

Ejemplo 7

10.

Se fulardea con los baños de la tabla 2 que sigue tejidos de poliéster/algodón (PES/CO) 67:33 y 50:50, de sarga de algodón (CO) y de gabardina de lana (W), se seca a temperatura de 80 a 100°C y a continuación se endurece durante 5 minutos a 150°C. (Procedimiento de termofijación). Además del procedimiento de termofijación, se puede emplear también el procedimiento de fijación con amoníaco. El tejido fulardeado se

15.

seca a 80°C (no por completo) se gasifica durante 5 minutos con amoníaco, se fulardea luego en un baño, que contiene por litro 300 cc de una solución acuosa de amoníaco al 24% y, después de un tiempo de permanencia al aire de 5 minutos, se seca a unos 80°C.

20.

El tejido de lana se lava durante 5 minutos a 40°C en un baño que contiene por litro 4 g de carbonato sódico y 1 g de una solución acuosa al 25% de un producto de condensación a base de 1 mol de p-tercinonilfenol y 9 moles de óxido de etileno. A continuación se enjuaga y se seca.

25.

El tejido de poliéster-algodón y el de algodón se levantan durante 5 minutos a 60°C y respectivamente durante 5 minutos a 95°C con un baño que contiene por litro 5 cc de superóxido

406514

- 9 SET



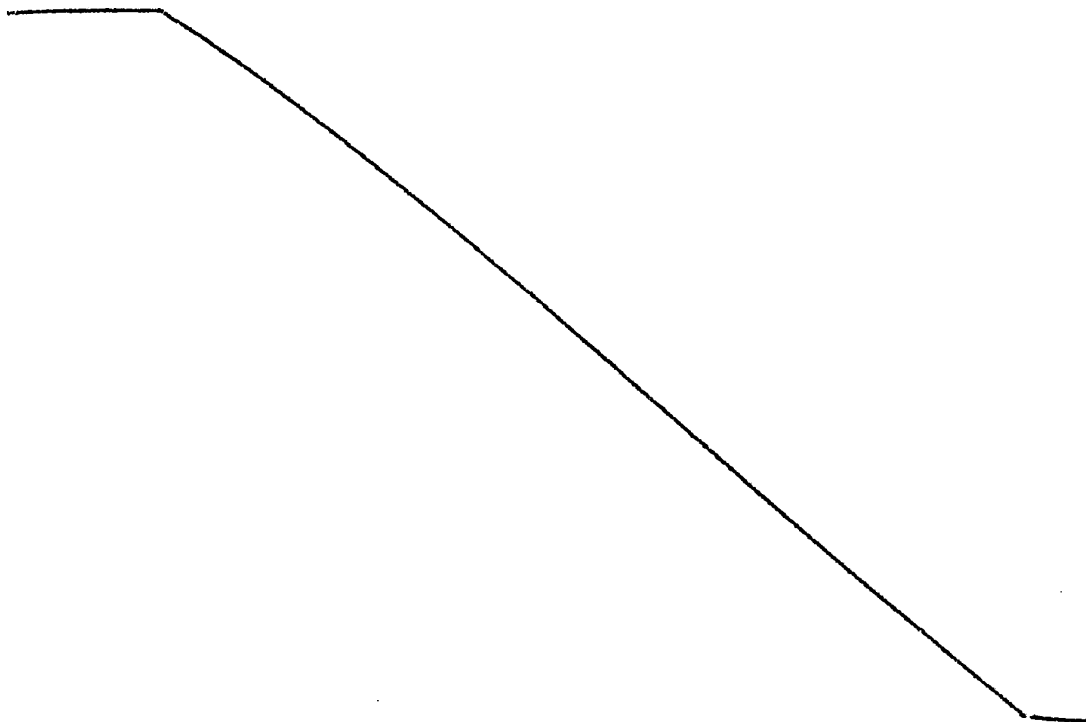
de hidrógeno (al 35%), 3 g de solución de hidróxido sódico (al 30%) y 1 g de una solución acuosa al 25% de un producto de condensación a base de 1 mol de p-tercinonilfenol y 9 moles de óxido de etileno. A continuación se enjuaga y se seca.

5. Los tejidos se lavan luego hasta 20 veces durante 45 minutos y a temperaturas de 40°C, 60°C ó 95°C en una lavadora doméstica, en un baño que contiene 4 g/litro de un detergente doméstico (lavado SNV-198861).

10. Los diversos tejidos se someten luego a ensayo de la resistencia a la llama (prueba vertical DIN 53906; tiempo de encendido, 6 segundos). Los tejidos no tratados se consumen.

El grado de fijación de la dosis del agente ignífugo después del lavado final en tanto por ciento de la absorción primitiva.

15. Los resultados están compendiados en la tabla 2 que sigue.



406514, 9 SEP 1972



Tabla 2

componente g/l	tratado con												W	CO	
	PES/CO 50:50						PES/CO 67:33								
	T		A		T		A		T		A				
I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI	XII				
producto según el Ejemplo	580	485	510	515	510	580	510	515	510	485	510	510	480		
di-trimetilolmelamina	103		103	103	103	103	103	103	103	153	103	103	84,5	275	
éter dimetilico de trimétilolmelamina (al 75%)		35	35	35	35	35	35	35	35	35	35	35	35	120	
producto de condensación*)	4,5	5,5	4,5	** 7	4,5	4,5	5,5	** 7	4,5	5,5	4,5	4,5	4,5	5,5	
emulsión de aceite de silicona (al 40%)	47	60	54	60	-	46	61	61	61	61	61	-	39	56	
valor de pH	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	80	80	
grado de fijación (%)	resistencia a la llama: tiempo de combustión (segundos)/longitud de laceración cm)														
absorción del baño %	0/9	0/9	0/6	0/8	0/7	0/11	0/10	0/9	0/9	0/11	0/10	0/9	0/9	0/5,5	0/6
	0/8,5	0/8	0/7	0/7	0/5	0/9,5	0/9	0/11	0/10	0/9,5	0/9	0/8	0/8	0/5	0/6
	0/12	0/8	0/7	0/8,5	0/4	0/10,5	0/9,5	0/10	0/8,5	0/10,5	0/9,5	0/7,5	0/4	0/7,5	0/7,5
	-	0/11	0/13	0/7	0/4	-	0/8,5	0/13	0/11	0/8,5	0/13	0/10,5	0/5	7	7

\*) producto de condensación de 1 mol de p-tercinonilfenol y 4 moles de óxido de etileno

\*\*) producto transformado en compuesto hidrofílico

T = procedimiento de fijación por calor A = procedimiento de fijación con amoniaco

406514



REIVINDICACIONES

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.

5. 13305/71 del 10.9.71 y del 26.7.72.

1.- Procedimiento para la ignifugación de materiales de fibra orgánicos, caracterizado por aplicarse a estos materiales una preparación acuosa, que contiene por lo menos

10. 1) un producto de condensación, soluble en agua, a base de un compuesto de hidroximetil-fosfonio y urea, el cual se obtiene condensando a temperatura de 40 a 120°C un mol de un compuesto de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio con 0,02 a 0,2 moles de urea, eventualmente  
15. en presencia de un disolvente orgánico inerte y eterificando eventualmente, por lo menos en parte, los grupos hidroxílicos libres con un alcohol, a lo menos, de 1 a 4 átomos de carbono, y

20. 2) un compuesto polifuncional, que sea distinto de los productos según (1),

y acabarse los materiales así tratados, según el procedimiento de fijación por almacenamiento en húmedo, por almacenamiento en mojado, por medio de amoníaco o por calor.

25. 2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por secarse el material tratado y sometersele a un tratamiento térmico.

3.- Procedimiento, según la reivindicación 2, caracterizado en que para la preparación del componente (1) la

406514



condensación se efectua a temperatura de 70 a 110°C.

5. 4.- Procedimiento, según las reivindicaciones 2 ó 3, caracterizado en que para la preparación del componente (1) la condensación se efectua en presencia a lo menos de un hidrocarburo aromático inerte, como disolvente.

5.- Procedimiento, según la reivindicación 4, caracterizado en que para la preparación del componente (1) se emplea benceno o tolueno como disolvente.

10. 6.- Procedimiento, según una de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado en que para la preparación del componente (1) se condensan entre sí ambos materiales de partida en una relación molar de 1:0,05 a 1:0,15.

15. 7.- Procedimiento, según una de las reivindicaciones 2 a 6 caracterizado en que para la preparación del componente (1) se emplea una sal o el hidróxido de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio.

8.- Procedimiento, según la reivindicación 6, caracterizado en que para la preparación del componente (1) se emplea una sal de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio.

20. 9.- Procedimiento, según la reivindicación 8, caracterizado en que para la preparación del componente (1) se emplea un haluro de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio.

25. 10.- Procedimiento, según la reivindicación 9, caracterizado en que para la preparación del componente (1) se emplea el cloruro de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio.

11.- Procedimiento, según una de las reivindicaciones 2 a 10, caracterizado en que para la preparación del componente (1) se esterifica los productos de condensación con metanol.

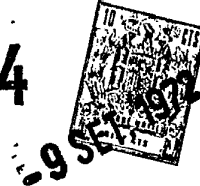
406514

SEV



5. 12.- Procedimiento, según una de las reivindicaciones 2 a 11, caracterizado en que para la preparación del componente (1), terminada la reacción, se convierten las sales de los productos de condensación en los hidróxidos correspondientes.
- 13.- Procedimiento, según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse, en calidad de componente (2) un compuesto de nitrógeno polifuncional.
10. 14.- Procedimiento, según la reivindicación 13, caracterizado por emplearse, en calidad de componente (2), un formador de aminoplasto o un precondensado aminoplástico.
15. 15.- Procedimiento, según la reivindicación 14, caracterizado por emplearse, en calidad de componente (2), una metilolmelamina eventualmente esterificada.
- 16.- Procedimiento, según una de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado por ignifugarse material de fibra a base de poliamida, celulosa, celulosa-poliéster o poliéster.
20. 17.- Procedimiento, según la reivindicación 16, caracterizado por ignifugarse tejido de lana, de poliéster o mixto de poliéster-celulosa.
25. 18.- Procedimiento, según una de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado por secarse el material de fibra a temperaturas hasta 100°C y someterselo a un tratamiento térmico a temperatura superior a 100°C/.
- 19.- Procedimiento para la ignifugación de materiales de fibra orgánicos.

*MM*



Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 23 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 de Septiembre de 1972.

5,

p.a.

JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO

fm.