

CASE 1-7731/+



**406518**

Int. Cl.: C07F, D06B

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

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 policondensación a base de compuestos de hidroximetilfosfonio y una amina, caracterizado por condensarse a temperatura de 100 a 150<sup>o</sup> C, (a) un mol de un compuesto de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio con 0,02 a 0,5 moles (preferentemente, 0,02 a 0,3 moles) de una amina, eventualmente en presencia de un disolvente orgánico inerte, eterificarse eventualmente, por lo menos en parte, los grupos hidroxílicos libres con un alcohol, a lo menos de 1 a 4 átomos de carbono y even-
- 5.
- 10.

406518



tualmente transformarse las sales de los productos de policondensación en los hidróxidos respectivos.

La condensación se efectúa de preferencia a temperatura de 110 a 140° C y en un disolvente orgánico inerte o una mezcla de disolventes. Son aptos para ello sobre todo los hidrocarburos aromáticos, como, por ejemplo, el tolueno, orto-, meta- o para-xileno o una mezcla de ellos, o también las mezclas de xileno-tolueno, xileno-benceno o xileno-decahidronaftalina.

5. Son aptos para ello sobre todo los hidrocarburos aromáticos, como, por ejemplo, el tolueno, orto-, meta- o para-xileno o una mezcla de ellos, o también las mezclas de xileno-tolueno, xileno-benceno o xileno-decahidronaftalina.

10. Es posible asimismo efectuar la condensación en ausencia de disolvente orgánico inerte; por ejemplo, sirviéndose como disolvente del producto de policondensación 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), o eventualmente en un disolvente, y destilando el agua. Además puede trabajarse continuamente o en forma de fases, es decir, calentar

20. inmediatamente a la temperatura necesaria o reunir primero los componentes (a) y (b) a temperatura ambiente, por ejemplo 15 a 25° C y calentar luego a 100 - 150° C. En calidad de compuesto de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio entran en cuenta sobre todo las sales y el hidróxido.

25. Sales de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio apropiadas son, por ejemplo, el formiato, el acetato, el fosfato o el sulfato y los haluros, como por ejemplo el bromuro o en

406518



especial el cloruro. El cloruro de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio se designa en lo que sigue como THPC.

5. 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.

10. Se emplean ventajosamente, en calidad de componente (b), aminas primarias alifáticas, especialmente alquilaminas con 22 átomos a lo sumo en el radical de alquilo.

15. Las di- y poliaminas con por lo menos un grupo amino primario en la molécula o las aminas primarias, que contienen, como, por ejemplo, radicales de alquenoilo, de hidroxialquilo o de halogenoalquilo.

20. La esterificación, 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 actúa entonces de preferencia en medio ácido.

25. Los catalizadores ácidos que oventualmente 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/éster dietílico. El empleo de estos catalizadores es recomendable particularmente para la autocondensación de THPOH y al condensar por debajo de 120°C.

Terminada la condensación y la oventual esterifi-

406518



- cación, 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
- 5.
10. baño de aplicación.

- Muchas veces los productos finales presentan un olor ingrato, causados por compuestos de fósforo trivalente volátiles, de peso molecular bajo (por ejemplo fosfinas, como la hidroximetilfosfina). Este olor puede eliminarse mediante un tratamiento oxidativo posterior del producto de la condensación; por ejemplo, mediante introducción de aire u oxígeno en la mezcla reaccional o mediante adición de oxidantes, (como por ejemplo, peróxido de hidrógeno o persulfato potásico).
- 15.

20. 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 :

25. 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),
- mediante el proceso de fijación por almacenamiento en hú-

406518

- 9 S



medo, por almacenamiento en mojado, sobre todo fijación con amoníaco, o en especial proceso de fijación térmica.

- El componente 2) está constituido preferentemente por epóxidos polifuncionales o, sobre todo, por compuestos de nitrógeno polifuncionales. En el 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.

- 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 concepto de formadores de aminoplasto y respectivamente de compuestos de nitrógeno metilolables cabe reserñar:

- Las 1,3,5-aminotriazinas, como las melaminas N-substituidas, por ejemplo N-butilmelamina, N-trihalogenometilmelaminas, triazonas y asimismo ammeline; 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, 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

406518



grupo hidroxílico con el radical  $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CO-NH-CH}_2\text{OH}$ ). Se emplean con preferencia los compuestos metilólicos de una urea, una etilenurea o la melamina. De los productos de la máxima metilolación resultan por lo general productos valiosos, pero estos se obtienen también de productos de metilolación bajo. Son en especial apropiados las metilolmelaminas eterificadas o no eterificadas. En calidad de precondensados de aminoplasto son aptos tanto los aminoplastos precondensados predominantemente monomoleculares como los más altos.

También los éteres de estos precondensados aminoplásticos 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 n-butanol) o los pentanoles. Sin embargo, conviene que estos precondensados aminoplásticos sean solubles en agua, como por ejemplo, el éter dimetílico de pentametilolmelamina.

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 tejidos mixtos de poliéster-celulosa llamados de 20/80, 26/74, 50/50 y 67/33.

406518



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 condensación los materiales de fibra de lana.

Las preparaciones acuosas para la ignifugación de los materiales de fibra orgánica contienen normalmente de 200 a 600 g/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, por ejemplo de 2 a 7,5, de preferencia de 4 a 7.

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.

Para mejorar la resistencia mecánica de las fibras pueden agregarse también a las preparaciones copolimerizados idóneos; por ejemplo, copolimerizados de N-metilolacrilamida o asimismo copolimerizados cationactivos. Son aquí ventajosas, por ejemplo, las emulsiones acuosas de

406518



copolimerizados a base de

- a) 0,25 a 10 % de una sal alcalinotérrea de un ácido monocarboxílico insaturado alfa,beta-etilónicamente,
  - 5. b) 0,25 a 30 % de una N-metilolamida o un éter N-metilolamídico de un ácido mono- o di-carboxílico insaturado alfa,beta-etilónicamente y
  - c) 99,5 a 60 % a lo menos de otro compuesto copolimerizable.
- 10.

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

15.

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%.

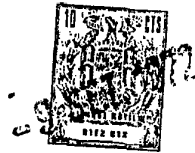
20.

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

25.

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

406518



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 manera ya conocida. Preferente - mente 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 con - veniencia se seca a temperatura de 100°C a lo sumo. Luego se somete el material a un tratamiento térmico a temperatu - ras superiores a 100°C (por ejemplo, de 100 a 200°C y pre - ferentemente de 120 a 180°C), cuya duración puede ser tan - to más breve cuanto más alta sea la temperatura. La dura - ción de este calentamiento es, por ejemplo, de 30 segundos a 10 minutos.
15. Si se actúa por el procedimiento de fijación en húmedo, se seca primeramente el tejido hasta una humedad re - sidual de un 5 a 20% y luego se lo guarda durante 12 a 48 horas a temperatura de unos 40 a 60°C, se lo enjuaga, se lo lava y se lo seca. En el procedimiento de fijación en moja - do se procede de modo semejante, con la diferencia de que el material de fibra se guarda completamente mojado. En el pro - cedimiento de fijación con amoníaco, el material de fibra tratado, mantenido húmedo se gasifica primeramente con amo - níaco y a continuación se seca.
- 20.
- 25.

406518 - 9 SEP



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).

5. 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

10. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de termómetro, separador de agua y embudo goteador, se calientan a 80° C, 244 partes de una solución acuosa al 78% de cloruro de tetrakisidroximetilfosfonio (1 mol). A continuación y bajo fuerte agitación se
15. adicionan en el término de 20 minutos 9 partes de dodecilamina (0,05 moles). Tras finalizar la adición a gotas se agita durante 10 minutos, luego se adicionan 200 partes de xileno, y se calienta hasta el punto de ebullición. La eliminación azeotrópica del agua se inicia a 102° C. En el transcurso de la separación del agua se alcanza la temperatura
20. interior de 134° C y se obtienen en total 71 partes de agua. El producto de condensación se presenta como una masa tonaz y se disuelve mediante adición de 200 partes de agua. El xileno se separa por succión lo más posible y la solución
25. acuosa se libera nuevamente en vacío y a 70° C de agua y la dosis restante de xileno. Se obtiene 162 partes de un producto amarillento, altamente viscoso, que es claramente soluble en agua y con amoníaco no da ninguna precipitación.

El espectro infrarrojo de este producto muestra

406518



las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3240	cm <sup>-1</sup>	fuerte
	" "	"	2905	"	débil
	Espaldón ancho	"	2850	"	medianamente débil
5.	" "	"	2650	"	" "
	" "	"	2340	"	débil
	Banda ancha	"	2080	"	"
	Espaldón ancho	"	1710	"	medianamente débil
	" "	"	1660	"	" "
10.	Banda ancha	"	1640	"	" "
	Espaldón agudo	"	1465	"	" "
	" "	"	1440	"	" "
	" ancho	"	1415	"	" "
	" agudo	"	1300	"	" "
15.	" ancho	"	1220	"	" "
	Banda ancha	"	1150	"	débil
	" "	"	1100	"	"
	" "	"	1040	"	medianamente débil
	Espaldón agudo	"	925	"	" "
20.	" ancho	"	900	"	" "
	Banda ancha	"	820	"	débil
	Espaldón ancho	"	760	"	"

Ejemplo 2

Se procede tal como se ha descrito en el ejemplo 1, pero empleando 18 partes de dodecilamina. Se obtienen en total 74 partes de agua. Después de la elaboración según el ejemplo 1 se obtienen 145 partes de un producto de condensación amarillo, viscoso y tenaz, que es claramente soluble en agua y que no da ninguna precipitación con amoníaco.

406518



El espectro infrarrojo de este producto muestra las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3200 $\text{cm}^{-1}$	fuerte
	Espaldón ancho	"	2900 "	débil
5.	" "	"	2850 "	medianamente débil
	" "	"	2660 "	" "
	" "	"	2500 "	débil
	" "	"	2335 "	"
	Banda aguda	"	2080 "	"
10.	Espaldón ancho	"	1705 "	mediano
	" "	"	1660 "	"
	Banda ancha	"	1635 "	"
	Espaldón agudo	"	1460 "	"
	Banda ancha	"	1415 "	medianamente débil
15.	" aguda	"	1300 "	" "
	Espaldón ancho	"	1205 "	" "
	Banda ancha	"	1100 "	débil
	Banda ancha a	"	1040 "	mediana
	Espaldón agudo	"	920 "	medianamente débil
20.	" ancho	"	880 "	" "
	Banda ancha	"	810 "	débil
	Espaldón ancho	"	760 "	"

Ejemplo 3

Se procede tal como se ha descrito en el ejemplo 1, pero empleando en lugar de la dodecilamina 14,25 partes de alilamina (0,25 moles). Se obtienen en total 83 partes de agua. Tras la elaboración según el ejemplo 1 se obtienen 164 partes de un producto de condensación amarillo, viscoso y tenaz, que con objeto de mejor manipulación se deslie con

406518



agua hasta un contenido de substancia activa del 80 %.

El espectro infrarrojo de este producto muestra las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3360	cm <sup>-1</sup>	fuerte	
5.	" aguda	"	2905	"	débil	
	Espaldón ancho	"	2850	"	medianamente débil	
	" "	"	2650	"	"	"
	" "	"	2350	"	débil	
	Banda ancha	"	2080	"	"	
10.	Espaldón agudo	"	1705	"	medianamente débil	
	Banda ancha	"	1630	"	"	fuerte
	Espaldón agudo	"	1465	"	"	débil
	Banda ancha	"	1415	"	mediana	
	" aguda	"	1300	"	débil	
15.	Espaldón ancho	"	1220	"	"	
	" "	"	1150	"	mediano	
	Banda aguda	"	1095	"	débil	
	" "	"	1045	"	mediana	
	Espaldón agudo	"	920	"	medianamente débil	
20.	" ancho	"	890	"	débil	

Ejemplo 4

Se procede tal como se ha descrito en el ejemplo 1, pero empleando en lugar de la doxocilamina 25,5 partes 3-dimetilaminopropilamina (0,25 moles).

25. Se obtienen en total 76 partes de agua. Tras la elaboración según el ejemplo 1, se obtienen 193 partes de un producto de condensación amarillo, viscoso, que con objeto de mejorar la manipulación se deslie con agua hasta un contenido de substancia activa del 80 %

406518 -9



El espectro infrarrojo de este producto muestra

las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3240 $\text{cm}^{-1}$	fuerte
	" aguda	"	2910 "	débil
5.	Espaldón ancho	"	2850 "	"
	" "	"	2700 "	"
	" "	"	2480 "	"
	" "	"	2360 "	"
	Banda aguda	"	2070 "	"
10.	Banda ancha	"	1630 "	mediana
	Espaldón ancho	"	1470 "	mediano
	Banda ancha	"	1410 "	medianamente débil
	" aguda	"	1300 "	débil
	Espaldón ancho	"	1210 "	"
15.	Banda ancha	"	1150 "	medianamente débil
	" aguda	"	1100 "	débil
	" aguda	"	1040 "	mediana
	Espaldón agudo	"	925 "	mediano
	" ancho	"	890 "	medianamente débil
20.	" "	"	810 "	débil

Ejemplo 5

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se disponen 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC y se enfría a 5° C. Luego se adiciona a gotas bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo en el término de 10 minutos, 15,2 partes (0,25 moles) de etilendiamina al 98,5 %, con lo que la temperatura asciende hasta 13° C. Luego se condensa a 100 - 110° C durante 2 horas. Tras el en -

406518



friado se obtienen 255 partes de una solución amarilla, clara, de baja viscosidad de 76 % de contenido activo.

El espectro infrarrojo de este producto muestra

las bandas siguientes :

5.	Banda ancha	alrededor de	3240 $\text{cm}^{-1}$	fuerte
	" aguda	"	2910 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	"
	" "	"	2605 "	medianamente débil
	" "	"	2350 "	débil
10.	Banda ancha	"	2070 "	"
	Espaldón ancho	"	1705 "	"
	Banda ancha	"	1630 "	mediana
	Espaldón agudo	"	1460 "	mediano
	Banda ancha	"	1410 "	mediana
15.	" aguda	"	1290 "	débil
	" ancha	"	1185 "	"
	" aguda	"	1040 "	fuerte
	Espaldón ancho	"	905 "	mediano
	" "	"	875 "	medianamente débil
20.	" "	"	800 "	débil

Ejemplo 6

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se calientan a 80° C de temperatura interior, 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC. Bajo buena agitación se adiciona a gotas en el término de 20 minutos 18 partes (0,1 mol) de dodecilamina y se trata luego todavía durante 2 horas a 100-110°C de temperatura interior. Tras el enfriado se obtienen 258 partes de una solución tur

406518



bia, de baja viscosidad de 80 % de contenido activo.

El espectro infrarrojo de este producto muestra las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
5.	" aguda	"	2920 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	mediano
	" "	"	2630 "	"
	" "	"	2460 "	débil
	" "	"	2350 "	"
10.	Banda ancha	"	2080 "	"
	" "	"	1630 "	mediana
	Espaldón agudo	"	1460 "	"
	Banda ancha	"	1415 "	"
	" aguda	"	1300 "	débil
15.	Espaldón ancho	"	1200 "	"
	" "	"	1165 "	"
	" "	"	1105 "	"
	Banda aguda	"	1040 "	fuerte
	Espaldón agudo	"	920 "	medianamente fuerte
20.	" ancho	"	880 "	" débil
	" "	"	810 "	débil

Ejemplo 7

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen, provisto de separador de agua, refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a 5° C de temperatura interior, 244 partes (1 mol) de una solución al 78 % de THPC después de lo cual se adiciona a gotas bajo buena agitación y refrigeración de hielo en el término de 10 minutos, 15,2 partes (0,25 moles) de etilendiamina al 98,5 %. Con ello la tempe-

406518g



- ratura se eleva a 14° C. Luego se adicionan 200 partes de mezcla de isómeros de xileno, y se calienta hasta el punto de ebullición. La exclusión azeotrópica del agua se inicia a 100° C. En el curso de la separación de agua se alcanza
5. la temperatura interior de 132° C y se obtienen en total 81 partes de agua. El producto de condensación se presenta como una masa tenaz y se disuelve mediante adición de 200 partes de agua. El xileno se separa por succión lo más posible y la solución acuosa se libera de nuevo en vacío y a 70° C de
10. agua y de la dosis restante de xileno. Se obtiene un producto de condensación amarillo, tenaz, que con objeto de mejor manipulación se deslie con agua hasta un contenido activo del 80 %. Rendimiento: 211 partes a 80 %.

El espectro infrarrojo de este producto muestra

15. las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
	" aguda	"	2905 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	"
	Banda ancha	"	2620 "	"
20.	Espaldón ancho	"	2350 "	"
	" agudo	"	2070 "	"
	" "	"	1710 "	medianamente débil
	Banda ancha	"	1630 "	mediana
	Espaldón ancho	"	1460 "	mediano
25.	" "	"	1415 "	"
	Banda aguda	"	1295 "	débil
	Espaldón ancho	"	1180 "	medianamente débil
	" "	"	1135 "	débil
	" "	"	1100 "	"

406518



Banda aguda	alrededor	1040 cm <sup>-1</sup>	mediana
" ancha	"	900 "	medianamente débil

Ejemplo 8

5. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a 0° C 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC. En el término de 30 minutos, y bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo se adicionan 25,5 partes (0,25 moles) de 3-dimetilaminopropilamina, con

10. lo que la temperatura se eleva hasta 3° C. Luego se condensa durante 2 horas a 100 - 115°C. Tras el enfriado se obtienen 262,5 partes de una solución amarillenta, de baja viscosidad. El contenido activo asciende al 78 %.

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

	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
	" aguda	"	2900 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	mediamente débil
	" "	"	2630 "	" "
20.	" "	"	2480 "	" "
	" "	"	2350 "	débil
	Banda aguda	"	2070 "	"
	Espaldón ancho	"	1705 "	"
	Banda ancha	"	1635 "	mediana
25.	Espaldón ancho	"	1460 "	mediano
	Banda ancha	"	1415 "	mediana
	" aguda	"	1300 "	débil
	" ancha	"	1190 "	"
	" "	"	1140 "	"

406518



	Espaldón agudo	alrededor de	1040 $\text{cm}^{-1}$	mediano
	" ancho	"	1115	" "
	" agudo	"	920	" medianamente débil
	" ancho	"	880	" débil
5.	" "	"	805	" "

Ejemplo 9

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen, provisto de separador de agua, refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a  $10^{\circ}\text{C}$  de temperatura interior

10. 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC después de lo cual se adiciona a gotas bajo buena agitación y refrigeración de hielo en el término de 5 minutos, 21 partes (0,2 moles) de diglicolamina. La temperatura se eleva con ello a  $16^{\circ}\text{C}$ . Luego se adicionan 200 partes de una mezcla de isómeros de xileno y se calienta hasta el punto de ebullición. La exclusión azeotrópica del agua se inicia a  $104^{\circ}\text{C}$ . En el curso de la separación de agua se alcanza la temperatura interior de  $132^{\circ}\text{C}$ , y se enfría, con lo cual se separan 75 partes de agua. El producto de condensación alta

15. monto viscoso se disuelve mediante adición de 200 partes de agua. El xileno se separa por succión lo más posible y la solución acuosa se libera de nuevo en vacío y a  $70^{\circ}\text{C}$  de agua y de la dosis restante de xileno. Se obtiene un producto de condensación viscoso, que con objeto de mejor manipulación se deslíe con agua a un contenido activo del 80%.

20. Rendimiento: 225,5 partes al 80 %.

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

Banda ancha alrededor de  $3200 \text{ cm}^{-1}$  fuerte

406518

-9



	Banda aguda	alrededor de	2920 cm <sup>-1</sup>	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	medianamente débil
	" "	"	2650 "	"
	" "	"	2480 "	débil
5.	" "	"	2350 "	"
	Banda aguda	"	2070 "	"
	Espaldón ancho	"	1710 "	"
	Banda ancha	"	1635 "	mediana
	Espaldón agudo	"	1465 "	medianamente débil
10.	Banda ancha	"	1415 "	mediana
	" aguda	"	1300 "	débil
	Espaldón ancho	"	1200 "	"
	" "	"	1160 "	"
	Banda ancha	"	1100 "	débil
15.	" aguda	"	1045 "	medianamente fuerte
	Espaldón agudo	"	920 "	mediano
	" ancho	"	890 "	medianamente débil
	" "	"	815 "	débil

Ejemplo 10

20. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a 0° C 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC. En el término de 20 minutos se adicionan bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo, 25. partes (0,25 moles) de mono-etanolamina, con lo que la temperatura se eleva hasta 3° C. Luego se condensa durante 2 horas a 100-105° C. Tras el enfriado se obtienen 255 partes de una solución amarillenta, de baja viscosidad. El contenido activo asciende a 80,5 %.

406518



El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
	Banda aguda	"	2920 "	débil
5.	Espaldón ancho	"	2850 "	medianamente débil
	" "	"	2630 "	"
	" "	"	2350 "	débil
	Banda ancha	"	2070 "	"
	Espaldón ancho	"	1700 "	"
10.	Banda ancha	"	1630 "	mediana
	Espaldón agudo	"	1460 "	medianamente débil
	Banda ancha	"	1410 "	mediana
	" aguda	"	1290 "	débil
	Espaldón ancho	"	1180 "	"
15.	" "	"	1160 "	"
	Banda aguda	"	1040 "	fuerte
	Espaldón ancho	"	910 "	mediano
	Banda ancha	"	870 "	mediana
	Espaldón ancho	"	810 "	débil

20. Ejemplo 11

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a 0° C 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC. En el término de 5 minutos se adicionan bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo, 18,6 partes (0,2 moles) de anilina, con lo que la temperatura se eleva hasta 5° C. Luego se condensa a 100-110° C durante 2 horas. Tras el enfriado se obtienen 259 partes de una solución roja, de baja viscosidad. El contenido activo

25.

406518



asciende al 75,8 %.

El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	$3200 \text{ cm}^{-1}$	fuerte
5.	" aguda	"	2905 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	medianamente débil
	" "	"	2620 "	" "
	" "	"	2460 "	débil
	" "	"	2350 "	"
10.	Banda aguda	"	2070 "	medianamente débil
	Espaldón ancho	"	1710 "	" "
	Banda ancha	"	1630 "	mediana
	" aguda	"	1500 "	medianamente débil
	Espaldón agudo	"	1460 "	débil
15.	Banda ancha	"	1405 "	medianamente débil
	" aguda	"	1295 "	débil
	Espaldón ancho	"	1185 "	"
	" "	"	1130 "	"
	Banda ancha	"	1035 "	mediana
20.	Espaldón agudo	"	910 "	mediano
	" ancho	"	875 "	débil
	" "	"	815 "	"

Ejemplo 12

25. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a  $0^{\circ} \text{C}$  244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC. En el término de 10 minutos se adicionan a gotas bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo, 11,2 partes (0,1 moles) de dietilentriamina al 92,1 %, con

406518



lo . que la temperatura se eleva a 9° C. Luego se condensa a 100 - 115° C durante 2 horas. Tras el enfriado se obtienen 251,5 partes de un líquido amarillo, de baja viscosidad. El contenido activo asciende al 80,2 %.

5. El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de 3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
	" aguda	" 2905 "	débil
	Espaldón ancho	" 2850 "	medianamente débil
10.	" "	" 2610 "	" "
	" "	" 2480 "	débil
	" "	" 2350 "	medianamente débil
	Banda aguda	" 2070 "	" "
	Espaldón ancho	" 1700 "	mediano
15.	Banda ancha	" 1635 "	mediana
	Espaldón agudo	" 1460 "	mediano
	Banda ancha	" 1410 "	medianamente débil
	" aguda	" 1290 "	débil
	Espaldón ancho	" 1185 "	"
20.	" "	" 1130 "	"
	Banda ancha	" 1040 "	mediana
	Espaldón agudo	" 915 "	mediano
	" ancho	" 880 "	medianamente débil
	" "	" 810 "	débil

25. Ejemplo 13

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a -8° C 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78% de THPC. En el término de 6 minutos se

406518



adicionan a gotas bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo 9,45 partes (0,05 moles) de tetraetilpentamina, con lo que la temperatura se eleva a +12° C. Luego se condensa a 100 - 110°C durante 2 horas. Tras el enfriado se obtienen 249 partes de un líquido amarillo rojizo, de baja viscosidad. El contenido activo asciende al 81,4 %.

El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
10.	" aguda	"	2920 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	mediano
	" "	"	2630 "	"
	" "	"	2480 "	débil
	" "	"	2350 "	"
15.	Banda aguda	"	2070 "	"
	Espaldón ancho	"	1700 "	"
	Banda ancha	"	1630 "	mediana
	Espaldón agudo	"	1460 "	mediano
	Banda ancha	"	1410 "	mediana
20.	" aguda	"	1300 "	débil
	" ancha	"	1190 "	"
	Espaldón ancho	"	1125 "	"
	Banda ancha	"	1040 "	fuerte
	Espaldón agudo	"	920 "	mediano
25.	" ancho	"	880 "	medianamente débil
	" "	"	810 "	débil

Ejemplo 14

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y

406518



termómetro, se enfrían a 02 C 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC. En el término de 8 minutos se adicionan a gotas bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo 14,4 partes (0,1 moles) de N-(3-aminopropil)-morfolina, con lo que la temperatura se eleva a 42 C. Luego se condensa a 110 -112°C durante 2 horas. Tras el enfriado se obtienen 253,5 partes de un líquido amarillo, de baja viscosidad. El contenido activo asciende al 81,8 %.

El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes :

10.	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
	" aguda	"	2920 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	medianamente débil
	" "	"	2640 "	" "
15.	" "	"	2480 "	débil
	" "	"	2350 "	"
	Banda aguda	"	2070 "	"
	Espaldón ancho	"	1700 "	"
	Banda ancha	"	1630 "	mediana
20.	Espaldón agudo	"	1465 "	mediano
	Banda ancha	"	1410 "	mediana
	" aguda	"	1300 "	débil
	" ancha	"	1190 "	"
	Espaldón ancho	"	1120 "	"
25.	Banda ancha	"	1040 "	fuerte
	Espaldón agudo	"	920 "	mediano
	" ancho	"	880 "	medianamente débil
	" "	"	810 "	" "

Ejemplo 15

406518



- En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a 0° C 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78 % de THPC. En el término de 13 minutos se adiciona a gotas bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo 20,8 partes (0,2 moles) de hidroxietilendiamina, con lo que la temperatura se eleva a 8° C. Luego se condensa durante 2 horas a 105-115° C. Tras el enfriado se obtienen 258 partes de un líquido amarillo, de baja viscosidad. El contenido activo asciende al 76%.

El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes :

	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
	" aguda	"	2920 "	débil
15.	Espaldón ancho	"	2850 "	medianamente débil
	" "	"	2630 "	débil
	" "	"	2480 "	"
	" "	"	2350 "	"
	Banda ancha	"	2070 "	"
20.	Espaldón ancho	"	1630 "	mediano
	Espaldón agudo	"	1465 "	mediano
	Banda ancha	"	1410 "	mediana
	" aguda	"	1300 "	débil
	" ancha	"	1190 "	"
25.	Espaldón ancho	"	1120 "	"
	Banda aguda	"	1040 "	fuerte
	Espaldón agudo	"	915 "	mediano
	" ancho	"	880 "	medianamente débil
	" "	"	800 "	débil

406518

Ejemplo 16



- En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a 6° C, 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78% de THPC. En el término de 5 minutos se adicionan a gotas bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo 52,5 partes (0,5 moles) de diglicolamina, con lo que la temperatura se eleva a 17°C. Luego se condensa a 105-110°C durante 2 horas. Tras el enfriado se obtienen 293 partes de una solución amarilla, de baja viscosidad. El contenido activo asciende al 76%.

El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes:

	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
15.	" aguda	"	2905 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	"
	" "	"	2630 "	"
	" "	"	2470 "	"
	" "	"	2350 "	"
20.	Banda ancha	"	2060 "	"
	Espaldón ancho	"	1700 "	"
	Banda ancha	"	1640 "	mediana
	Espaldón agudo	"	1460 "	mediano
	Banda ancha	"	1410 "	mediana
25.	" aguda	"	1925 "	débil
	Espaldón ancho	"	1210 "	"
	" ancho	"	1180 "	"
	Banda aguda	"	1120 "	"
	" "	"	1040 "	fuerte

406518



Banda aguda	alrededor de	915 cm <sup>-1</sup>	mediana
" ancha	"	880 "	medianamente débil
Espaldón ancho	"	805 "	débil

Ejemplo 17

5. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a 10°C 244 partes (1 mol.) de una solución acuosa al 78% de THPC y se neutraliza a un pH de 7,2 bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo con 56,2 partes
10. de solución acuosa al 30% de hidróxido sódico. A continuación se adiciona a gotas bajo las mismas condiciones en el término de 5 minutos 16,1 partes (0,25 moles) de una solución acuosa al 70% de etilamina, con lo cual la temperatura se eleva a 18°C. Luego se condensa a 100-105°C durante 2
15. horas. Tras el enfriado se obtienen 311 partes de una solución incolora fluida. El contenido de fósforo asciende al 9,9% calculado sobre el producto tal cual.

El espectro infrarrojo de este producto muestra las bandas siguientes:

20.	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
	" aguda	"	2905 "	débil
	Espaldón ancho	"	2850 "	medianamente débil
	" "	"	2630 "	" "
	" "	"	2490 "	débil
25.	" "	"	2350 "	"
	Banda ancha	"	2070 "	"
	Espaldón ancho	"	1690 "	"
	" "	"	1630 "	mediano
	" "	"	1590 "	débil

406518



	Espaldón agudo	alrededor de	1460 cm <sup>-1</sup>	mediano	
	Banda ancha	"	1410 "	mediana	
	" aguda	"	1295 "	débil	
	Espaldón ancho	"	1195 "	"	
5.	Banda ancha	"	1125 "	"	
	Espaldón agudo	"	1040 "	mediano	
	" ancho	"	1010 "	medianamente fuerte	
	" agudo	"	915 "	"	débil
	Banda ancha	"	870 "	"	"
10.	Espaldón ancho	"	810 "	débil	

Ejemplo 18

En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se condensan en fusión a 105-115°C durante 2 horas 180 partes (0,945 moles) de THPC cristalizado exento de agua, y 5,09 partes (0,0189 moles) de estearilamina. Luego se enfría a 50°C de temperatura interior. Se adicionan 80 partes de metanol y 0,1 partes de HCl acuoso al 37%, y se eterifica durante 30 minutos a temperatura de reflujo (63-64°C). Después del enfriado a 50°C se elimina en vacío el metanol excedente. Se obtienen 181 partes de un condensado pastoso, que es soluble en agua caliente bajo turbidez opal.

El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes:

25.	Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte	
	" aguda	"	2920 "	débil	
	Espaldón ancho	"	2850 "	mediano	
	" "	"	2640 "	medianamente débil	
	" "	"	2480 "	débil	

406518



	Espaldón ancho	alrededor de	2360 cm <sup>-1</sup>	débil
	Banda ancha	"	2060 "	"
	" "	"	1620 "	mediana
	Espaldón agudo	"	1460 "	medianamente débil
5.	Banda ancha	"	1410 "	mediana
	" aguda	"	1290 "	débil
	" ancha	"	1190 "	medianamente débil
	Espaldón ancho	"	1160 "	débil
	Banda aguda	"	1035 "	fuerte
10.	Espaldón ancho	"	905 "	mediano
	" "	"	875 "	"
	" "	"	815 "	débil

Ejemplo 19

15. En un recipiente agitador de 500 partes en volumen de capacidad, provisto de refrigerador de reflujo y termómetro, se enfrían a 6°C de temperatura interior 244 partes (1 mol) de una solución acuosa al 78% de THPC. Bajo fuerte agitación y refrigeración de hielo se adiciona a gotas en el término de 5 minutos 21 partes (0,2 moles) de diglicolamina,

20. con lo que la temperatura se eleva a 10°C. A continuación se condensa a 105-110°C de temperatura interior durante 2 horas. Tras el enfriado se obtienen 262 partes de un líquido amarillo, de baja viscosidad. El contenido de fósforo asciende a 11,8%, calculado sobre el producto tal cual.

25. El espectro infrarrojo muestra las bandas siguientes:

Banda ancha	alrededor de	3240 cm <sup>-1</sup>	fuerte
" "	"	2900 "	débil
Espaldón ancho	"	2850 "	medianamente débil

406518



	Espaldón ancho	alrededor de	2630 cm <sup>-1</sup>	medianamente débil
	" "	"	2480 "	débil
	" "	"	2360 "	"
	Banda aguda	"	2080 "	medianamente débil
5.	Espaldón ancho	"	1710 "	" "
	Banda ancha	"	1640 "	mediana
	Espaldón agudo	"	1460 "	mediano
	Banda ancha	"	1410 "	mediana
	" aguda	"	1295 "	débil
10.	" ancha	"	1190 "	"
	" "	"	1120 "	"
	" "	"	1035 "	mediana
	Espaldón agudo	"	915 "	medianamente débil
	" ancho	"	880 "	" "
15.	" "	"	810 "	débil

Ejemplo 20

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

Luego el tejido se lava durante 5 minutos a 60°C en un baño, que contiene por litro 5 cc de superóxido de hidrógeno (al 35%), 3 g de lejía de sosa (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. El grado de fijación de la dosis del producto presente sobre la fibra después del lavado posterior (calculado sobre la dosis absorbida previamente).

406518



Los tejidos se lavan 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/l de un detergente doméstico (lavado SNV-158861).

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

Los resultados están compendiados en la tabla 1 que sigue:

10.

TABLA 1

Componentes (g/l)	No tratado	Tratado con el baño			
		A	B	C	D
15. Producto según Ej. 1		550	-	-	-
" " Ej. 2		-	550	-	-
" " Ej. 3		-	-	690	-
" " Ej. 4		-	-	-	485
Dimetilolmelamina		96,5	96,5	96,5	96,5
20. pH del baño (ajustado con NaOH)		5,5	5,5	5,5	5,5
Absorción de baño, %		75	75	75	75
Grado de fijación, %		65	69	81	65
Resistencia a la llama		Tiempo de combustión ulterior(seg.) / Longitud de laceración (cm.)			
25. Después del lavado final	Quemado	0/12,5	0/11	0/11	0/8,5
Después de 20 lavados (60°C)	"	0/9,5	0/9,5	0/8	0/7,5
Después de 40 lavados (60°C)	"	12/8	6/9,5	4/9	14/9,5

406518



Ejemplo 21

Se fulardea con los baños de la tabla 2 que sigue, un tejido mixto a base de poliéster-algodón (PES/CO) 50:50 y un tejido de lana (W) se seca a una temperatura de 80 a 100°C y a continuación se endurece a 150°C durante 5 minutos.

5.

A continuación los tejidos se lavan como se indica en el Ejemplo 20 (W 40°C, PES/CO 60°C), se enjuaga y se seca.

10.

Luego los tejidos se lavan hasta 2 veces durante 45 minutos y a una temperatura de 60°C (W 40°C) en una lavadora doméstica en un baño, que contiene 4 g/l de un detergente doméstico (lavado SNV 198861). Las diversas muestras de tejido se someten luego a ensayo de resistencia a la llama (prueba vertical DIN 53906; tiempo de encendido, 6 segundos). Los tejidos no tratados se consumen.

15.

Los resultados están compendiados en la tabla 2 que sigue:

TABLA 2

20.

Componentes g/l	Tratado con										
	PES/CO 50:50					PES/CO 67:33					W
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
Producto según Ej. 5						674					
25. " " Ej. 6	680										
" " Ej. 8		691					691				
" " Ej. 9									468		
" " Ej. 11			680					680			
" " Ej. 15				680							

406518



TABLA 2 (cont.)

	Componentes g/l	Tratado con										
		PES/CO 50:50					PES/CO 67:33					W
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
5.	Producto según Ej. 16					775				775		
	" " Ej. 17											680
	Di-trimetilolmelamina	103	103	103	103		103	103	103		95,5	84,5
10.	Eter dimetílico de trimetilolmelamina al 75%					153				153		
	Producto de condensación											2
	Emulsión de aceite de silicona (al 40%)	35	35	35	35	35	35	35	35	35	-	35
15.	pH del baño	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	6,5	5,5	7
	Grado de fijación, %	54	52	60	53	67	55	78	84	70	81	43
Resistencia a la llama: Tiempo de combustión (seg.)/Longitud de laceración (cm.)												
20.	Después del lavado final	0/7,5	0/9	0/8	0/7,5	0/9	0/11,5	0/12,5	0/12	0/10	0/11	0/8
	Después de un lavado	0/9	0/11	0/9	4/11	0/10	6/11,5	2/10	0/12	0/11	-	4/4
	Después de 5 lavados	0/7	0/11	2/9	3/8	0/8	8/12	3/10	0/11	0/12	0/9,5 <sup>+</sup>	4/9
25.	Después de 20 "	0/5,5	1/11	0/8	3/8	0/8	14/13	6/10	3/10	0/13	0/10,5 <sup>++</sup>	4/8

⊕ Después de 20 lavados.

⊕⊕ Después de 40 lavados.

406518



Ejemplo 22

Se fulardea con los baños según la siguiente tabla 3, tejidos mixtos de poliéster/algodón PES/CO 50:50, se seca a temperatura de 80 a 100°C y a continuación se endurece a 150°C durante 5 minutos.

5.

Los tejidos se lavan a continuación como se indica en el Ejemplo 20 (W 40%, PES/CO 50°C), se enjuaga y se seca.

Luego los tejidos se lavan hasta 5 veces durante 45 minutos a 60°C en una lavadora doméstica, en un baño, que contiene 4 g/l de un detergente doméstico (lavado SNV 198861). Las muestras diversas de tejido 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.

10.

Los resultados están compendiados en la tabla 3 que sigue:

15.

TABLA 3

Componentes g/l	Tratados con						
	A	B	C	D	E	F	G
20. Producto según el Ej. 5	674						
" " Ej. 10		674					
" " Ej. 12			664				
" " Ej. 13				658			
25. " " Ej. 16					775		
" " Ej. 17						825	
" " Ej. 18							460
Di-trimetilolmelamina	103	103	103	103		103	103

406518



TABLA 3 (cont.)

Componentes g/l	Tratados con						
	A	B	C	D	E	F	G
5. Eter dimetílico de tri- metilolmelamina (al 75%)					153		
Emulsión de aceite de silicona (al 40%)	35	35	35	35	35		35
pH del baño	5,5	5,5	5,5	5,5	4,5	7 <sup>+</sup>	5,5
10. Grado de fijación	55	55	54	53	70	57	43
Resistencia a la llama: Tiempo de combustión (seg.)/Longitud de laceración (cm.)							
15. Después del lavado final	0/7	0/5,5	0/7,5	0/7	0/10	0/10,5	3/11
" de 1 lavado	0/9	0/9,5	0/8	0/9,5	0/8	0/9	0/9,5
" " 5 lavados	0/10	1/9	0/11	6/10	0/12	7/13,5	0/9

⊕ Producto transformado en compuesto hidroxílico.

Ejemplo 23

20. Se fulardea con los baños de la tabla 4 que sigue, tejidos mixtos de poliéster/algodón PES/CO 67:33 y 50:50 y luego se trata como sigue según el procedimiento de fijación con amoníaco:

25. El tejido fulardeado se seca a 80°C incompletamente, se gasifica durante 10 minutos con amoníaco, luego en un baño, que contiene 300 cc de una solución de amoníaco acuosa al 24% por litro, se fulardea e inmediatamente a continuación se enjuaga a 40°C en un baño, que contiene 5 g/l de jabón, 6 cc de superóxido de hidrógeno (al 35%) y luego se seca.

406518-9



Luego los tejidos se lavan a 60°C como se indica en el Ejemplo 21 y seguidamente se someten a ensayo de la resistencia a la llama según DIN 53906 (tiempo de encendido, 6 segundos). Los tejidos no tratados se consumen.

5. Los resultados están compendiados en la tabla que sigue:

TABLA 4

10.	Componentes g/l	Tratado con	
		PES/CO 50:50	PES/CO 67:33
		A	B
	Producto según el Ej. 17 g/l	460	
	" " " Ej. 19 g/l		460
15.	Di-trimetilolmelamina	103	103
	Emulsión de aceite de silicona (al 40%)	35	35
	pH del baño	5,5	5,5
20.	<u>Resistencia a la llama</u>		
	Después del lavado final:		
	Tiempo de combustión (seg.)	0	0
	Longitud de laceración (cm.)	7,5	7,5
	+Después de 1 lavado:		
25.	Tiempo de combustión (seg.)	0	0
	Longitud de laceración (cm.)	9	11,5

406518



9 SEP 1964

Ejemplo 24

Se fulardea con los baños según la siguiente tabla 5, tejidos mixtos de poliéster/algodón PES/CO 67:33 y 50:50, se seca a una temperatura de 80 a 100°C y a continuación se endurece durante 5 minutos a 150°C.

5.

A continuación los tejidos se enjuagan como se indica en el Ejemplo 21 (W 40°C, PES/CO 60°C), y se seca.

Los tejidos se lavan luego a 60°C como se indica en el Ejemplo 22 y a continuación se someten a ensayo de la resistencia de la llama según DIN 53906 (tiempo de encendido, 6 segundos). Los tejidos no tratados se consumen.

10.

Los resultados están compendiados en la tabla que sigue:

TABLA 5

15.

20.

25.

Componentes g/l	Tratado con						
	PES/CO 50:50		PES/CO 67:33				
	A	B	C	D	E	F	G
Producto según Ej. 10	674						
" " Ej. 13		658					
" " Ej. 14			665				
" " Ej. 15				680			
" " Ej. 16					775		
" " Ej. 17						825	
" " Ej. 19							690
Di-trimetilolmelamina	103	103	103	103		103	103
Eter dimetílico de trimetilolmelamina (al 75%)					153		
Emulsión de aceite de silicona (al 40%)	35	35	35		35	35	35

406518



TABLA 5 (cont.)

Componentes g/l	Tratado con						
	PES/CO 50:50		PES/CO 67:33				
	A	B	C	D	E	F	G
5. pH del baño	5,5	5,5	5,5	5,5	4,5	7 <sup>⊕</sup>	4,5
Grado de fijación, %	70	56	56	82	74	66	89
Resistencia a la llama: Tiempo de combustión (seg.)/Longitud de laceración (cm.)							
10. Después del lavado final	0/9	0/13	0/7,5	0/10	0/13	2/10	0/9
Después del lavado	2/0,5	0/11,5	3/8,5	0/6,5	0/10,5	0/11	0/10

⊕ Producto transformado en compuesto hidroxílico.

REIVINDICACIONES

15.

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patentes suizas nº 13309/71 del 10.9.71 y del 26.7.72.

20.

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

- (1) un producto de condensación, soluble en agua, a base de un compuesto de hidroximetil-fosfonio y una amina, el cual se prepara condensando a temperatura de 100 a 150°C, un mol de un compuesto de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio con 0,02 a 0,5 moles de una amina, eventualmente en presencia de un disolvente orgánico inerte y eterificando eventualmente, por lo menos en parte, los grupos hi-

25.

Rej

406518



droxílicos libres con un alcohol, a lo menos, de 1 a 4 átomos de carbono y

(2) un compuesto polifuncional, que sea distinto de los componentes (1),

5. y acabarse el material así tratado, según el proceso por almacenamiento en húmedo, por almacenamiento en mojado, por medio de amoníaco, o de fijación por calor.

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

3.- Procedimiento, según la reivindicación 2, caracterizado en que para la preparación del componente (1) la condensación se efectúa a temperatura de 110 a 140°C.

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

20. 5.- Procedimiento, según la reivindicación 4, caracterizado en que para la preparación del componente (1) se emplea como disolvente a lo menos un xileno.

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 la relación molar de 1:0,02 a 1:0,3.

25. 7.- Procedimiento, según una de las reivindicaciones 2 a 5, 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 7, ca

Rg

406518



racterizado en que para la preparación del componente (1) se emplea una sal de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio.

5. 9.- Procedimiento, según la reivindicación 8, ca-  
racterizado en que para la preparación del componente (1) se  
emplea un haluro de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio.
- 10.- Procedimiento, según la reivindicación 9,  
caracterizado en que para la preparación del componente (1)  
se emplean el cloruro de tetrakis-(hidroximetil)-fosfonio.
10. 11.- Procedimiento, según una de las reivindica-  
ciones 2 a 10, caracterizado en que se emplea una amina ali-  
fática primaria.
15. 12.- Procedimiento, según una de las reivindica-  
ciones 2 a 11, caracterizado porque en la preparación del  
componente (1), terminada la reacción, se convierten las sa-  
les de los productos de condensación en los hidróxidos res-  
pectivos.
20. 13.- Procedimiento, según la reivindicación 2,  
caracterizado por emplearse, en calidad de componente (2),  
un compuesto de nitrógeno polifuncional.
- 14.- Procedimiento, según la reivindicación 13,  
caracterizado por emplearse, en calidad de componente (2),  
un formador de aminoplasto o un precondensado de aminoplasto.
25. 15.- Procedimiento, según la reivindicación 14,  
caracterizado por emplearse en calidad de componente (2),  
una metilolmelamina eventualmente eterificada.
- 16.- Procedimiento, según una de las reivindica-  
ciones 2 a 15, caracterizado por ignifugarse material de fi-  
bra a base de poliamidas, celulosa, celulosa-poliéster o  
poliéster.

Rg

406518

-9 SEP



17.- Procedimiento, según la reivindicación 16, caracterizado por ignifugarse tejido de lana, de poliéster o mixto de poliéster-celulosa.

5. 18.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 17, caracterizado por secarse el material de fibra a temperaturas hasta 100°C y someterse a un tratamiento térmico a temperatura superior a 100°C.

19.- Procedimiento para la ignifugación de materiales de fibra orgánicos.

10. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 42 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 9 Septiembre de 1972

p. a.

JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSÉ F. NIETO

*fy*