



412763

FAB. CIA. COBB

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE CUERPOS CON FORMA NO INFLAMABLES", a favor de la firma alemana CHEMISCHE FABRIK STOCKHAUSEN & CIE., domiciliado en "Bakerpfad nº 25" - 415 KREFELD (ALEMANIA).

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a procedimiento para la obtención de cuerpos con forma no inflamables.

La dificultad de inflamación de cuerpos con forma, preferentemente de celulosa regenerada y en especial las estructuras y hojas confeccionadas a base de hilos o fibras de dicha celulosa regenerada, se ha pretendido conseguir hasta ahora mediante un tratamiento ulterior. Este proceder se corresponde con la práctica ejercida también en materiales de celulosa nativa. En los dos casos, los procedimientos de tratamiento ulterior, en forma de medidas de impregnación o recubrimiento, solían proporcionar efectos

412763



insatisfactorios en cuanto a la acción ignífuga. Además hay que conformarse con empeoramientos de las propiedades de elaboración y de empleo como inconvenientes.

5. Lo mismo ocurre con los procedimientos de tratamiento ulterior con tris-(1-aziridinil)-fosfinóxido o con tetraquis-(hidroximetil)-fosfonicloruro que, a base de la reacción de las sustancias citadas con la celulosa, proporcionan una cierta permanencia del efecto ignífugo, pero que debido a la alta toxicidad de la sustancia únicamente son difícilmente manejables, y no sin adoptar medidas de protección. Asimismo los catalizadores casi siempre ácidos, necesarios frecuentemente para la reacción de estas sustancias con la celulosa, influyen de manera desfavorable en las propiedades de resistencia mecánica de la celulosa.

10. Para el tratamiento ulterior de estructuras celulósicas textiles planas han sido empleados a veces también fosforamidatos en forma hidrosoluble que, mediante reacciones de condensación con ayuda de reactivos apropiados, eran puestos en forma insoluble en agua, y se fijaban sobre el material textil.

15. En el último tiempo han sido dados a conocer en la bibliografía diversos procedimientos, en los se agregaban ignífugos a las soluciones de celulosa, que por consiguiente se incorporaban a los cuerpos con forma regenerados a partir de estas soluciones. Las soluciones de celulosa son en este sentido soluciones de celulosa en hidróxido de cobretetramina, y preponderantemente soluciones alcalinas del xantogenato sódico de celulosa, que reciben el nombre de viscosa.

20. Los agentes empleados hasta ahora para el procedimiento de incorporación, o bien son difícilmente asequibles, tal como los alcoxifosfacenos, o bien (en el caso de ser fácilmente accesibles) originan decoloraciones de los regenerados, tal como el fósforo
- 25.
- 30.

412763



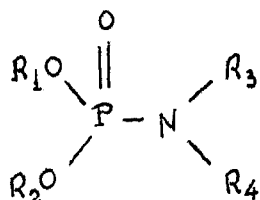
rojo a los alcoholfosfatos halogenados, por ejemplo, el tris-(2, 3-dibromopropil)-fosfato. Lo mismo ocurre con los formadores de quelates (por ejemplo, las poliaciloxalamidrazonas), en cuya utilización no se puede conseguir la acción ignífuga nada más que mediante un tratamiento ulterior con soluciones de sales metálicas para la formación de los quelatos metálicos, de color intenso. Este tratamiento ulterior dificulta adicionalmente la utilización.

5.

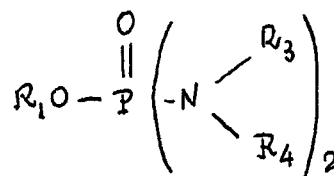
El objeto del presente invento es la elaboración de cuerpos con forma no inflamables, consistentes preferentemente en celulosa regenerada, preferentemente los de rayón, viscosilla y hojas,

10.

mediante la incorporación de compuestos de la fórmulas generales I y/o II



(I)



(II)

en las que los radicales R₁ a R₄ tienen el significado siguiente:

R₁ = alcoholo, alcoxi-alcoholo o respectivamente alcoholo halogenado, preferentemente con 1 a 6 átomos de carbono;

15.

R₂ = alcoholo, alcoxi-alcoholo o respectivamente halogenado, preferentemente con 1 a 6 átomos de carbono, pudiendo ser a este particular R₁ = R₂ ó R₁ = R₂;

R₃ = alcoholo sustituido una o varias veces por halógeno, con preferencia -CH₂-CHBr-CH₂Br;

20.

R₄ = que R₃, o bien alcoholo o alcoholeno.

Los radicales alcoholos pueden ser de cadena recta o ramificada.

Son preferidos especialmente los compuestos en los que los radicales alcoholos tienen 2 a 6 átomos de carbono. Radicales

25.

412763



alcoholos apropiados son, por ejemplo, el radical etilo, el n-pro_pilo, el n-butilo, el n-pentilo y el n-hexilo, como radicales de alcoholos de cadena ramificada.

5. Cuando R_1 y/o R_2 representan un radical alcoxialcoholo, entonces el radical alcoxi puede ser, por ejemplo, un radical metoxi, etoxi, propoxi o butoxi.

El halógeno en el radical alcoholo sustituido por halógeno, puede ser flúor, cloro, bromo o yodo.

10. Se ha descubierto que mediante la adición de sustancias de las fórmulas I y II a soluciones de celulosa en cantidades de 1 a 40%, con preferencia de 10 a 30% con relación a la celulosa regenerable, se consiguen excelentes efectos ignífugos permanentes, y se impiden los inconvenientes descritos en la obtención por otros procedimientos de regenerados, de celulosa difícilmente inflamable, tales como, por ejemplo, la difícil asequibilidad de
15. los productos empleados, la dificultad de manejo de los medios, la fuerte influenciación de las propiedades de uso o de elaboración, decoloraciones de los regenerados, inestabilidad de las propiedades ignífugas frente a procedimiento de la limpieza en húmedo y en seco, etcétera.
20.

El ignífugo, licuado en caso necesario con un disolvente apropiado hasta adquirir una consistencia bombeable, puede ser agregado a la solución de celulosa por sí solo, o en presencia de agentes de actividades interfacial, o también de dispersantes no
25. activos interfacialmente. Esta adición puede tener lugar entremezclando el agente con la solución de celulosa, o agregándose de manera dosificada a dicha solución delante de la tobera que extruye los cuerpos con forma. Es posible también el empleo al
30. mismo tiempo de otros agentes usuales en la obtención de la fibras, tales como agentes de modificación y pigmentación.



412763

Objeto del invento son asimismo los compuestos de las fórmulas I y II, en las que los radicales R₁ a R₄ tienen el significado siguiente:

5. R₁ = alcoholo, alcoxialcoholo o respectivamente alcoholo halogenado, preferentemente con 1 a 6 átomos de carbono;
- R₂ = alcoholo, alcoxialcoholo o respectivamente alcoholo halogenado, preferentemente con 1 a 6 átomos de carbono, pudiendo ser a este particular R₁ = R₂ ó R₁ = R₂;
10. R₃ = alcoholo sustituido una o varias veces por halógeno, con preferencia -CH₂-CHBr-CH₂Br;
- R₄ = que R₃, o bien alcoholo o alcoholeno.

Los compuestos conforme a las fórmulas I y II se obtienen por procedimientos en sí conocidos, para lo cual

15. 1.) se condensan dialcoholfosfatos halogenados o respectivamente alcoholfosfatos dihalogenados con dialilemina o respectivamente alcoholalilamina o respectivamente monoalilamina, en presencia de agentes fijadores de ácidos, tales como, por ejemplo, aminas terciarias, carbonato sódico o lejía sódica, o bien
20. 2.) se hacen reaccionar conforme a la reacción de Todt dialcoholfosfitos con dialilamina o respectivamente alcoholalilamina o respectivamente monoalilamina (Journ. of Organic Chemistry, 15 pág. 637, 1950; Journ. Chem.Soc. 1945, pág 660; Journ.Chem.Soc., 1947, pág. 674), para obtener dialcoholéster fosfórico-N-dialilaminas o respectivamente dialcoholéster fosfórico-N-alcohol-N-alilemidas
25. o respectivamente alcoholéster fosfórico-N-N--tetraalilamidás o respectivamente alcoholéster fosfórico-N, N'-dialcoholdialilamidás, adicionándose entonces a estas amidás, de la manera usual, en un disolvente inerte, por ejemplo, CCl₄, bromo o respectivamente cloro. En lugar de los alcoholfosfatos halogenados o res
30. pectivamente los dialcoholfosfitos, se pueden emplear también

412763



alcoxialcohilfosfatos o alcoxialcohilfosfatos halogenados o respectivamente dialcoxialcohilfosfitos o dialcoxialhilfosfitos halogenados.

5. El invento será descrito a continuación mediante ejemplo de la forma preferente de realización, a saber, cuerpo con forma consistentes en celulosa.

Para la elaboración de cuerpos con forma conforme al invento, se procedió la manera siguiente:

A) Fabricación de rayón

10. A partir de celulosa fibrosa química se elaboraron viscosas compuestas por 6,75% de celulosa, 5,8% de lejía sódica y 2,2% de azufre. Las madureces de hilatura de estas viscosas se correspondían con valores gama de 45. Después de incorporadas las combinaciones indicadas en los ejemplos, consistentes en un ignífugo conforme al invento, eventualmente licuado con un disolvente inerte, y una sustancia de actividad interfacial, se hilaron las viscosas mediante hileras con 1000 agujeros de 60 un de diámetro cada uno, en baños de hilatura que contenía 60 g de ácido sulfúrico, 133 g de sulfato sódico y 90 g de sulfato de cinc en cada litro.

15. La temperatura del baño de hilatura ascendió a 42° C, y el trayecto de inmersión del haz de hilos en el baño de hilatura, a 80 cm.

20. El haz de hilos fué estirado en 80% en un baño de estiraje caliente a 98° C, que por litro contenía 25 g de ácido sulfúrico, se lavó y se siguió tratando de la manera usual. Después de secos, se retorcieron los filamentos para formar un hilo, cuyo grado de retorcido se limitó a un retorcido protector de 100 vueltas/metro. El título total de los hilos ascendió a 1650 deniers en el ensayo en blanco, aumentando hasta 1850 deniers, según la clase y cantidad del ignífugo incorporado.

25.

30.

412763



- A partir de los hilos se confeccionaron géneros de punto en una tricotosa plana, que después de acondicionados (20°C, 65% de humedad relativa del aire), fueron ensayados con respecto a su comportamiento de combustión. Para estos ensayos se aplicó
5. el procedimiento conforme a la norma DIN 53.906, que trabaja con pieza a ensayar colgada verticalmente. El tiempo de acción de la llama normal de encendido ascendió a 10 segundos. Al considerar los resultados del ensayo hay que tener en cuenta que las condiciones de ensayo de la norma DIN 53.906 fueron establecidas para tejidos, de modo que por un lado su aplicación a géneros de punto relativamente abiertos con respecto a tejidos, así como, por otro lado el bajo grado de retorcido de los hilos hilados, representan otras agravaciones de las condiciones de ensayo conforme a la norma DIN 53.906. Se ha comprobado que en especial
10. el trayecto de combustión o respectivamente la zona de carbonización asciende en tejidos a menos de una cuarta parte del valor indicado para géneros de punto.

- Los ejemplos de aplicación fueron complementados por un ensayo en blanco, así como por ensayos paralelos en los que se empleó
20. tris-(2,3-dibromopropil)-fosfato, que representa un ignífugo conocido, corriente en el comercio.

B) Fabricación de hojas

- A partir de en cada caso 2 g de las viscosas obtenidas conforme a A) se estiraron entre dos placas de vidrio películas, y
25. en baños correspondientes a A) se regeneró la celulosa en forma de hojas. Las hojas no estiradas fueron lavadas, secadas y acondicionadas. El ensayo del comportamiento de combustión de las hojas se realizó de manera sencilla, prendiéndolas por un borde en la llama de un mechero Bunsen. Después de retirada la llama se
30. observó si las hojas seguían ardiendo o se extinguían por sí

412763



mismas.

Ejemplo 1

Ensayo en blanco:

5. Con relación a su contenido de celulosa, la viscosa contenía 3,26% de una amina grasa oxetilada (20 eto-amina de grasa de coco) en calidad de sustancia de actividad interfacial. Esta última sirve en las condiciones de hilatura descritas al mismo tiempo como agente modificante, que mejora la resistencia mecánica.

Ejemplo 2

10. Con relación a su contenido de celulosa se incorporaron a la viscosa 3,26% de amina oxetilada de grasa de coco, 3,9% de percloroetileno como agente licuante, y 30% de dietiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromopropil)-amida.

Ejemplo 3

15. De manera análoga al ejemplo 2, si bien empleando 20% del agente conforme al invento citado anteriormente, en presencia de 3,26% amina oxetilada de grasa de coco y 2,6% de percloroetileno.

Ejemplo 4

20. De manera análoga al ejemplo, 2, si bien empleando 3,26% de amina oxetilada de grasa de coco, 19,5% de percloroetileno y 15% de agente citado anteriormente.

Ejemplo 5

25. Con relación a su contenido de celulosa, se agregaron a la viscosa 3,26% de amina oxetilada de grasa de coco y 30% de di-n-propiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromil)-amida.

Ejemplo 5a

30. Análogo al ejemplo 5. Con relación a su contenido de celulosa, se agregaron a la viscosa 30% de di-n-propiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromopropil)-amida, sin emplear al mismo tiempo otras sustancias.



412763

E j e m p l o 6

Análogo al ejemplo 5, si bien con una cantidad del agente allí citado, disminuida a 20%.

E j e m p l o 7

5. Análogo al ejemplo 5, si bien empleando 3,26% de la amina grasa oxetilada y 30% de una etiléster fosfórico-N,N'-dialil-bis-(2,3-dibromopropil)-amida mixta.

E j e m p l o 8

10. Análogo al ejemplo 7, si bien con una etiléster fosfórico-N, N'-aliltris-(2,3-dibromopropil)-amida.

E j e m p l o 9

Análogo al ejemplo 5, si bien con una di-isobutiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromopropil)-amida.

E j e m p l o 10

15. Análogo al ejemplo 5, si bien con una di-n-pentiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromopropil)-amida.

E j e m p l o 11

Análogo al ejemplo 5, si bien con una di-n-hexiléster fosfórico-N-bis-(2,3 dibromopropil)-amida.

20. E j e m p l o 12

Análogo al ejemplo 5, si bien con una dimetoxietiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromopropil)-amida.

E j e m p l o 13

25. Análogo al ejemplo 5, si bien con una dicloroetiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromopropil)-amida.

E j e m p l o 14

Análogo al ejemplo 5, si bien con una etil-isopropiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromopropil)-amida.

E j e m p l o 15

30. Análogo al ejemplo 5, si bien con una dietiléster fosfórico-

412763



(N-metil-N-2,3-dibromopropil)-amida.

Ejemplo 16

Análogo al ejemplo 5, si bien con una di-n-propiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dicloropropil)-amida.

5. Ejemplo 17

Análogo al ejemplo 5, si bien con una di-isopropiléster fosfórico-N-bis-(2,3-dibromopropil)-amida.

Ejemplo 18

10. Ejemplo comparativos, con un agente conocido, usual en el comercio:

Con relación a su contenido de celulosa, se mezcló la viscosa con 3,26% de amina oxetilada de grasa de coco y 30% de tris-(2,3-dibromopropil)-fosfato.

Ejemplo 19

15. Análogo al ejemplo 9, si bien empleando 20% del alcoholfosfato halogenado allí citado.

20. Para estimar la estabilidad del efecto ignífugo conseguido frente a procedimientos de la limpieza en húmedo y en seco, fueron extraídos en un aparato Soxhlet géneros de punto confeccionados a base de los hilos producidos conforme a los ejemplos 5, 7, 8 y 9. Como agentes de extracción fueron empleados percloroetileno, tetracloruro de carbono y agua. La duración de la extracción para los géneros de punto, de un tamaño de 10 x 20 cm y de un peso de 8 a 9 g, ascendió a 10 ciclos bajo la acción de 150 ml de agente de extracción por ciclo, empleándose en total 175ml del agente correspondiente. El comportamiento de combustión de los géneros de punto extraídos fué ensayado de acuerdo con la norma DIN 53.906. Los resultados de los ensayos han sido registrados en tablas (compárese la tabla 1).

25. 30. En la consideración de los resultados de los ensayos debe ser

412763



- tenido en cuenta que en los ensayos de combustión de acuerdo con la norma DIN 53.906, un recorrido de combustión o respectivamente un trayecto de carbonización de 20 cm se corresponde con una combustión total de las piezas ensayadas, desempeñando naturalmente un papel los correspondientes tiempos de combustión.
5. La insignificante mejora del comportamiento de combustión de las piezas a ensayar confeccionadas conforme a los ejemplos 5 y 7, después de la extracción con agua, se explica por el hecho de que los géneros de punto se hacen más tupidos debido a encogerse.
- 10.

Ejemplo 20

Ensayo en blanco:

A partir de la viscosa del ejemplo 1 se elaboraron hojas de la manera descrita en B), y se ensayaron.

15. Ejemplo 21

Análogo al ejemplo 20, con viscosa conforme al ejemplo 2.

Ejemplo 22

Análogo al ejemplo 20, con viscosa conforme al ejemplo 5.

Ejemplo 23

20. Análogo al ejemplo 20, con viscosa conforme al ejemplo 6.

Ejemplo 24

Ejemplo comparativo:

Análogo al ejemplo 20, con viscosa conforme al ejemplo 7.

Ejemplo 25

25. Análogo al ejemplo 20, con viscosa conforme al ejemplo 9.

Los resultados del ensayo de estas hojas han sido recopilados en la tabla 2.

De los ejemplos de aplicación se desprende que mediante la incorporación del ignífugo conforme al invento, fácilmente ase-

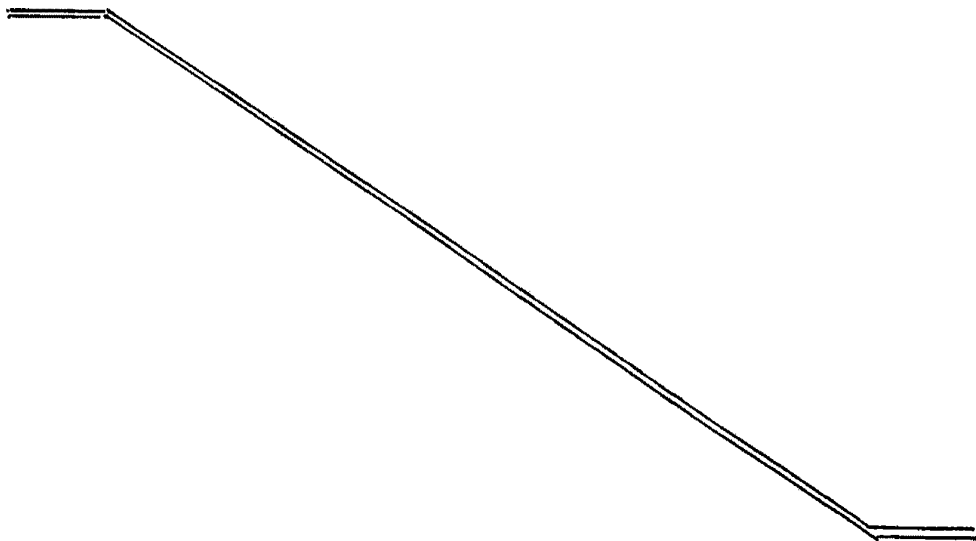
30. quible, se obtienen a partir de celulosa regenerada cuerpos con

412763



- forma sin teñir, permanentemente ininflamables o respectivamente auto-extinguibles. Los agentes conforme al invento son al mismo tiempo superiores a los agentes corrientes en el mercado aprovechados como comparación, en el sentido de que proporcionan
5. regenerados no teñidos, cuyas propiedades de uso y de acabado (por ejemplo, tacto, aptitud para el teñido, color propio) no han variado con respecto al material del ensayo en blanco, o bien tan solo insignificadamente, y desde luego mucho menos que
10. en otros agente (por ejemplo, propiedades de resistencia mecánica, transparencia, brillo). El agente utilizado como comparación proporciona tan solo cuerpos con forma auto-extinguibles, que presentan una coloración indeseable.

- Una ventaja principal de los agentes conforme al invento es la de que se pueden conseguir propiedades ignífugas buenas con
15. cantidades menores de cargas que en los agentes utilizados para comparación. Este último hecho trae consigo que la resistencia mecánica respecto al título, reducida como consecuencia de la incorporación del ignífugo y la elevación de título a ello inherente, pueda mantenerse menor que en los agentes descritos hasta ahora.
- 20.



412763



TABLA I

IGNIFUGO

Ejemplo de Aplicación	Clase	Cantidad empleada en %	Color de hilo	Resistencia mecánica condensado g/den.
1 Ensayo en Blanco		0	Blanco	3,56
2 " " "		30	"	3,11
3 " " "		20	"	3,33
4 " " "		15	"	3,43
5 " " "		30	"	3,12
5 después de extracción con per		30	"	-
5 " " " tetra		30	"	-
5 " " "agua		30	"	-
5a		30	"	3,0
5a después de extracción con per		30	"	-
5a " " " tetra		30	"	-
5a " " "agua		30	"	-
6		20	"	3,28
7		30	"	3,10
7 " " " per		30	"	-
7 " " " tetra		30	"	-
7 " " " agua		30	"	-
8		30	"	3,11
8 " " " per		30	"	-
8 " " " tetra		30	"	-
8 " " " agua		30	"	-
9		30	"	3,08
9 después de extracción con agua		30	"	-
10		30	"	2,95
10 " " " agua		30	"	-

Agente conforme al invento



412763

SIGUE TABLA I

IGNIFUGO

Ejemplo de Aplicación	Clase	Cantidad empleada en %	Color de hilo	Resistencia mecánica condensado g/den.
11		30	Blanco	3,05
11 después de extracción con agua		30	"	-
12		30	"	3,15
12 " " " agua		30	"	-
12 " " " per		30	"	-
12 " " " tetra		30	"	-
13		30	"	3,0
14		30	"	3,10
14 " " " agua	Agente conforme al invento	30	"	-
14 " " " per		30	"	-
15		30	Blanco tirando Amarillo	3,06
16		40	Blanco	2,93
16 " " " agua		40	"	-
17		30	Blanco tirando Amarillo	2,87
17 " " " agua	Agente usual en el comercio	-	"	-
17 " " " per		-	"	-
18 Ensayo comparativo/después de extracción con per		30	Amarillo	2,20
18 " " " tetra	30	"	-	
18 " " " agua	30	"	-	
19		20	"	2,84

SIGUE TABLA I

Ejemplo de Aplicación	Estirado condensado en %	Pérdida de resistencia desig. como ensayo Blanco	Tiempo de combustión en segundos
1 Ensayo Blanco	12,2	0	26
2	11,0	12,6	0

412763



SIGUE TABLA I

DIN 53.906

Ejemplo de Aplicación	Estirado condensado en %	Pérdida de resistencia desig. como ensayo Blanco	Tiempo de combustión en segundos.
3	12,0	6,6	0
4	12,0	4,0	31
5	13,4	12,3	0
5 Después de extracción con per -		+	0
5 " " " tetra -		-	0
5 " " " agua -		-	0
5a	12,0	15,5	0
5a después de extracción per		-	0
5a " " " tetra -		-	0
5a " " " agua -		-	0
6	13,4	7,9	2,5
7	14,0	12,8	0
7 " " " per -		-	0
7 " " " tetra -		-	0
7 " " " agua -		-	0
8	13	12,6	0
8 " " " per -		-	0
8 " " " tetra -		-	0
8 " " " agua -		-	0
9	11,8	13,5	0,6
9 " " " agua			0,7
10	12,0	17,1	1,5
10 " " " agua			1,7
11	11,8	14,3	5
11 " " " agua			4,5
12	11,0	11,7	0,5
12 " " " agua			11

412763



SIGUE TABLA I

DIN 53.906

Ejemplo de Aplicación	Estirado condensado en %	Pérdida de resistencia desig. como ensayo Blanco	Tiempo de combustión en segundos.
12 después de extracción con per			0,5
12 " " " tetra			0,5
13	11,0	15,6	0
14	11,5	12,8	2
14 " " " agua			2,8
14 " " " per			8
15	11,9	14,0	17
16	12,0	17,6	1,1
16 " " " agua			0,9
17	11,2	19,3	7,5
17 " " " agua			7
17 " " " per			21
18 Ensayo comparativo	10,8	21,2	4
18 después de extracción con per	-	-	4
18 " " " tetra	-	-	4
18 " " " agua	-	-	3,5
19	12,4	20,6	30

SIGUE TABLA I DIN 53.906

DMI FS 01/1971

Ejemplo de Aplicación	T Trayecto de combustión o rep. carbonización en cm	Tiempo de arder sin llama en segundos	Dictamen Conforme a las directrices DMI para ensayos de seguridad contra el fuego de materiales textiles.
1 Ensayo en Blanco	20	319	inflamable
2	7,5	0	no inflamable
3	7,5	0	no inflamable
4	20	0	nó inflamable
5	7	0	no inflameble

412763



SIGUE TABLA I DIN 53.906 DMI FS 01/1971

Ejemplo de Aplicación	Trayecto de combustión o rep. carbonización en cm	Tiempo de arder sin llama en segundos	Dictamen Conforme a las directrices DMI para ensayos de seguridad contra el fuego de materiales textiles.
5 después de extracción con per	8	0	no inflamable
5 " " " tetra	8	0	no inflamable
5 " " " agua	7	0	no inflamable
5a	7	0	no inflamable
5a " " " per	9	0	no inflamable
5a " " " tetra	7	0	no inflamable
5a " " " agua	7	0	no inflamable
6	9	0	auto-extinguible
7	7	0	no inflamable
7 " " "per	9	0	no inflamable
7 " " " tetra	9	0	no inflamable
7 " " " agua	6	0	no inflamable
8	7	0	no inflamable
8 " " " per	7	0	no inflamable
8 " " " tetra	7	0	no inflamable
8 " " " agua	5	0	no inflamable
9	11,5	0	auto-extinguible
9 " " " agua	10,5	0	auto-extinguible
10	14,8	0	auto-extinguible
10 " " " agua	11	0	auto-extinguible
11 "	17,5	0	auto-extinguible
11 " " "agua	15	0	auto-extinguible
12	8	0	auto-extinguible
12 " " "agua	13	0	auto-extinguible
12 " " "per	9	0	auto-extinguible
12 " " "tetra	8,5	0	auto-extinguible

412763



SIGUE TABLA 1 DIN 53.906 DMI FS 01/1971

Ejemplo de Aplicación	Trayecto de combustión o rep. carbonización en cm.	Tiempo de arder sin llama en segundos	Dictamen conforme a las directrices DMI para ensayos de seguridad contra el fuego de materiales textiles.
13	8	0	no inflamable
14	7,5	0	auto-extinguible
14 después de extracción con agua	7	0	auto-extinguible
14 " " " per	12	0	auto-extinguible
15	17	0	auto-extinguible
16	6	0	auto-extinguible
16 " " " agua	7	0	auto-extinguible
17 " " "	7	0	auto-extinguible
17 " " "agua	10	0	auto-extinguible
17 " " " per	15	0	auto-extinguible
18 Ensayo comparativo	11	0	auto-extinguible
18 después de extracción con per	12	0	auto-extinguible
18 " " " tetra	11	0	auto-extinguible
18 " " " agua	10	0	auto-extinguible
19	20	0	inflamable

no inflamable

La nomenclatura: auto-extinguible

inflamable

Se corresponde con la directriz DMI FS 01/1971.

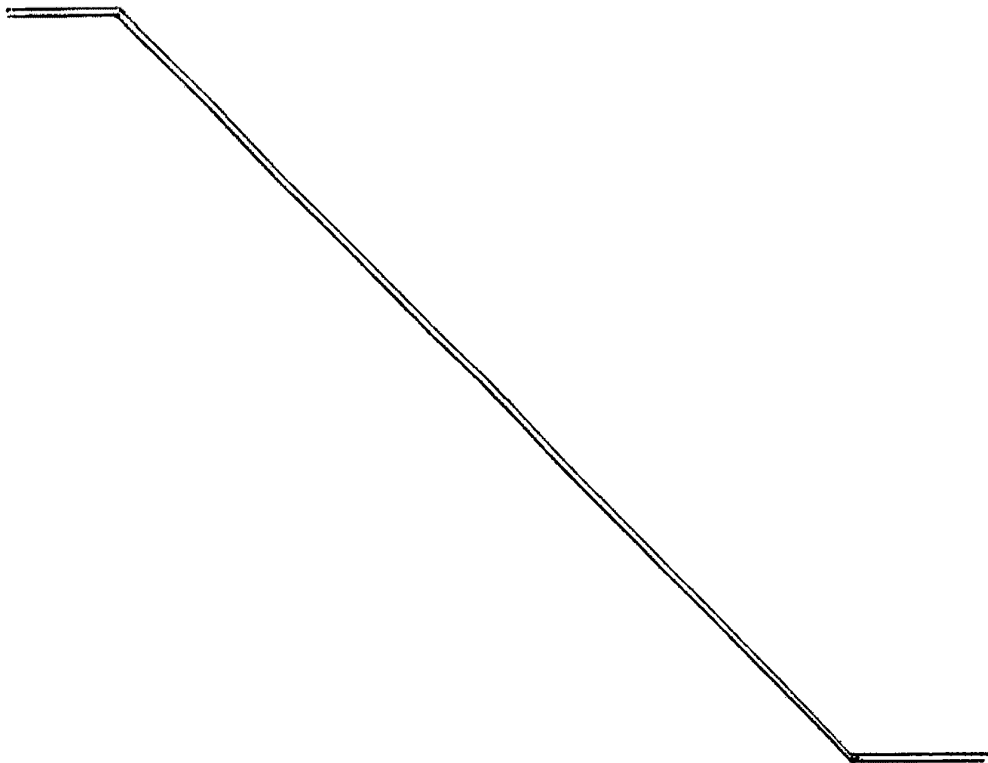


412763



TABLA II

Ejemplo	IGNIFUGO Clase	Cantidad empleada en %	Aspecto de la Hoja	Comportamiento de combustión de la hoja después de retirada la llama de encendido
20	Agente conforme al invento.	0	incolora, clara transparente	inflamable (sigue ardiendo total- mente)
Ensayo por blanco				
21		30	incolora, muy clara y transpa- rente	no inflamable
22		30	incolora, muy cla ra, transparente	no inflamable
23		30	incolora, casi cla ra transparente	no inflamable
24	Agente usual en el comercio	30	amarilla, mate translúcida	auto-extinguible
Ensayo compa rativo				
25		20	amarillo, mate, translúcida	inflamable (sigue ardiendo se quema total- mente)
Ensayo compa rativo				



412763



N O T A

Hecha la descripción del presente invento lo que se declara como nuevo y de propia invención comprende las reivindicaciones siguientes, haciendo constar que esta solicitud se acoge a la prioridad de la solicitud de Patente alemana nº P 22 13 274.7,

5. depositada el día 18 de Marzo de 1972:

10. 1.- Procedimiento para la obtención de cuerpos con forma no inflamables, o respectivamente auto-extinguibles, tales como materiales fibrosos u hojas, preferentemente de celulosa regenerada, c a r a c t e r i z a d o por el hecho de que a una solución de celulosa se le agregan sustancias ignífugas, precisamente, en las etapas previas líquidas de los cuerpos con forma, convenientemente removiéndolas con ellas o mediante adición dosificada, con un contenido en ignífugo en cantidades de 1 a 40, con preferencia de 1 a 30%, con relación a la celulosa regenerable, así como adición de agentes usuales de modificación y pigmentación.

20. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, c a r a c t e r i z a d o por el hecho de que las sustancias ignífugas se licúan con un disolvente antes de ser incorporadas a las etapas previas líquidas de los cuerpos con forma.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, c a r a c t e r i z a d o por el hecho de que la adición dosificada de las sustancias ignífugas se efectúa ventajosamente delante de la tobera de conformado.

25. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, c a r a c t e r i z a d o por el hecho de que las sustancias ignífugas se emplean por si solas o en combinación con otras sustancias líquidas o dispersas o emulsionadas en líquidos, eventual-

MG

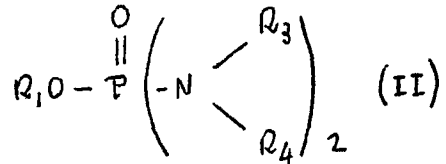
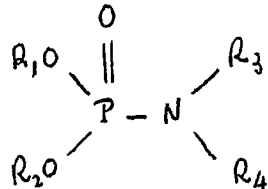
412763



mente también de actividad interfacial.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que las sustancias agregadas como ignífugo son compuestos que responden a las fórmulas generales

5. formulas generales



en las que

R₁ = alcoholo, alcoxialcoholo o respectivamente alcoholo halogenado, preferentemente con 1 a 6 átomos de carbono;

R₂ = alcoholo, alcoxialcoholo o respectivamente alcoholo halogenado, preferentemente con 1 a 6 átomos de carbono, pudiendo ser a este particular, R₁ = R₂ ó R₁ = R₂;

10.

R₃ = alcoholo sustituido una o varias veces por halógeno, con preferencia -CH₂ -CHBr -CH₂Br.

R₄ = que R₃, o bién alcoholo o alcoholeno.

15.

6.- Procedimiento para la obtención de cuerpos con forma no inflamables.

Según se describe y reivindica en la presente Memoria que consta de veintiuna hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 17 Marzo de 1973

CHEMISCHE FABRIK STOCKHAUSEN & CIE

p. a. JAIME ISERN
p. p.


Firmado: JAIME ISERN

m6