



tacto en el substrato. El problema es agravado grandemente en algunos sectores de manipulación, particularmente cuando es necesario cumplir exigencias reglamentarias en cuanto a retardo de la combustión en prendas de vestir. Por estar su estado físico en la forma de un haz de finas fibras, éste invita y ayuda al mantenimiento de una llama si una combustión con llama se inicia en la tela. Es decir, se presenta una gran superficie para oxidación si comienza cualquier combustión con llama.

Correspondientemente un objeto básico de este invento es crear un método que emplee técnicas familiares en la industria textil para la aplicación de materiales retardadores de la combustión a fibras textiles independientemente de que estén las fibras en la forma de una tela tejida en telar, en la forma de una tela tejida de punto o en la forma de madejas del hilo antes de ser tejido a la forma de tela.

Otros objetos y ventajas del invento resultarán en parte evidentes y en parte se deducirán de lo que sigue.

Se ha encontrado que los agentes retardadores de la combustión para géneros textiles y materiales afines, del tipo duradero, poseen una multitud de efectos secundarios que o bien harían inutilizable al substrato con combustión retardada o bien reducirían su duración en servicio útil. Además, los métodos utilizados de manera más común pueden ser eficaces sobre un substrato particular mientras que son completamente ineficaces en otros substratos o en mezclas de los mismos.



El presente invento se refiere a un nuevo método de retardar la combustión de géneros textiles y materiales afines utilizando un método comunmente empleado en la estampación y tinción con pigmentos, es decir por medio de la utilización de un aglutinante primario que sirve como adhesivo para fijar el agente retardador de la combustión a un sustrato dado. Además, esta técnica puede ser empleada también para retardar la combustión de dichos aglutinantes, que normalmente son emulsiones de materiales polímeros sintéticos altamente inflamables y que contribuyen a la inflamabilidad de sustratos retardadores de la combustión.

El objeto del presente invento consiste en dos elementos básicos, a saber el elemento retardador de la combustión y un elemento aglutinante.

El elemento retardador de la combustión es un compuesto orgánico incoloro, con elevado grado de halobromación, sólido a la temperatura ambiente, que posee altos puntos de fusión y de descomposición, que es reducido con facilidad a un tamaño de partículas extremadamente pequeño por medios convencionales de trituración. El material sólido retardador de la combustión es reducido a un tamaño de partículas inferior a las micras o de micras y es suspendido en agua de una manera similar a la preparación de dispersiones de pigmento. En algunos casos, especialmente cuando se utilizan materiales extremadamente estables al calor, se debe emplear un agente sinérgico que contribuya a hacer más inestables frente al calor a los sólidos halobromados. Este agente sinérgico debe poseer características similares al agente retardador de la combustión ha-



lobromado, es decir debe ser un sólido micropulverizado que posea buena estabilidad frente al calor, finamente dispersado en agua. Además, debe reaccionar con el agente retardador de la combustión halobromado a las temperaturas de combustión para formar un gas no inflamable en estado gaseoso que impida que el oxígeno llegue al substrato inflamable, impidiendo de este modo el proceso de oxidación.

El segundo elemento utilizado en este invento es una emulsión de un polímero de alto peso molecular, citada comunmente como látex. El polímero empleado puede ser el resultado de polimerizar ácido acrílico, ácido metacrílico, acrilamida, metacrilamida, acrilonitrilo, ésteres de los ácidos acrílico y metacrílico, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, estireno, butadieno, ácidos maleico o fumárico y ésteres de los mismos, y compuestos similares. El polímero puede constituir homopolímeros o copolímeros de los monómeros antes descritos. Estos polímeros en emulsión están disponibles en el comercio en diferentes calidades dependiendo de las propiedades definitivas que se deseen. Tienen en común el hecho de que forman películas a la temperatura ambiente o a temperaturas elevadas, por sí solos o en presencia de plastificantes. Las propiedades de la película dependen de la composición química de aquellos.

Debido al hecho de que los látices poseen propiedades adhesivas extremadamente buenas, son utilizados normalmente para fines de aglutinación o unión. Son utilizados para la unión de pigmentos con substratos difíciles de teñir, para

419918



5 unir fibras con fibras con el fin de obtener telas no tejidas,
para unir fibras con telas para producir telas afieltradas o
flocadas y para unir telas con telas, telas con espumas, te-
las con películas, telas con géneros no tejidos, etc., para
10 obtener telas estratificadas. Son utilizados también para
recubrir el respaldo de telas con el fin de lograr diversos
efectos tales como estabilidad dimensional, para evitar el des-
hilachamiento, para dar a las telas características no desli-
zantes, con un material de carga para comunicar opacidad a
15 aquellas, etc., y para efectuar el acabado con el fin de lo-
gar estabilidad dimensional, aumentar la resistencia mecáni-
ca, disminuir la permeabilidad al aire, comunicar aptitud pa-
ra repeler suciedad y residuos, etc.

15 Este invento se refiere a dos utilizaciones de es-
tos materiales:

- a. Para unir el agente retardador de la combustión con
substratos no reactivos mediante la utilización de ad-
hesivos de látex; y
- b. Para utilizar el agente retardador de la combustión
20 con el fin de hacer incombustibles o autoextinguibles
a las películas de látex cuando éstas son aplicadas a
substratos con combustión retardada.
- a. En esta aplicación el agente retardador de la combustión
sólido es el ingrediente predominante y el látex es el in-
25 gradiente secundario.

419918



1978

El agente retardador de la combustión sólido micro-pulverizado es dispersado primero en agua que contiene un agente humectante, añadiéndole con lentitud a la fase acuosa con intensa agitación, con un mezclador de alta velocidad y alto cizallamiento. Después de que se ha completado la adición del sólido, la dispersión resultante es estabilizada por medio de adición de pequeñas cantidades de un coloide protector (comunmente denominado agente espesante) tal como carboximetilcelulosa, metoxicelulosa o etoxicelulosa de pesos moleculares seleccionados, para lograr una viscosidad óptima e impedir que se sedimenten las partículas.

El agente retardador de la combustión FR es diluido luego con agua hasta una concentración predeterminada y se agrega una cantidad de látex suficiente para lograr la adherencia. Esta solución es aplicada entonces al substrato sumergiéndolo en la misma y eliminando el exceso mediante exprimido entre dos rodillos. El substrato húmedo es después secado al aire a cualquier temperatura conveniente y luego secado en estufa a 125°C hasta 150°C durante 180 a 90 segundos.

El material resultante es retardador de la combustión cuando es ensayado por medio de experimentos de inflamabilidad comunmente utilizados y el retardador de la combustión no se pierde después de múltiples operaciones de lavado mecánico y/o de limpieza en seco. El tacto del material retardador de la combustión está inalterado, pero puede ser hecho rígido, si esto es deseable, por medio de selección de un látex más duro.

419918



b. La dispersión de FR, preparada tal como arriba se ha descrito, es diluída en agua, se añade el látex y se ajusta la viscosidad por medio de utilización de un agente espesante.

5 Esta carga de tratamiento es aplicada luego por diferentes técnicas dependiendo del efecto final deseado. Puede ser aplicada por impregnación, aplicada como recubrimiento con espátula, aplicada como recubrimiento con rodillos, rociada o pulverizada, estampada con rodillos, 10 estampada en pantalla, aplicada por saturación y por métodos similares. Después de ello los substratos son secados al aire a cualquier temperatura conveniente y luego son secados en estufa, igual a como anteriormente.

15 Esta técnica es empleada usualmente cuando el substrato al que es aplicada el látex o bien es intrínsecamente retardador de la combustión o ha sido hecho resistente a la combustión en una operación separada. Puede ser utilizado para retardar la combustión de látices, que serán empleados como adhesivos de afelpado o flocado, para el recubrimiento de respaldos de telas, para la tinción o 20 estampación con pigmentos, para la unión o estratificación con telas no tejidas, y procesos similares.

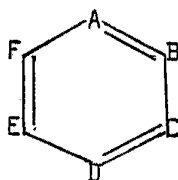
25 El procedimiento de este invento es aplicable a materiales textiles en forma de fibras cortas, mechas, hilas, fibras, telas tejidas en telar, telas no tejidas, telas de punto obtenidas en tricotosa circular y en tricosa plana, alfombras y similares, y asimismo a papel, a películas, a espumas, etc.



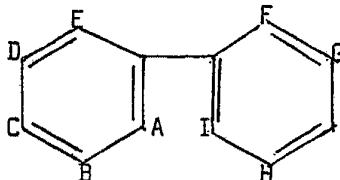
El substrato puede ser de origen natural, tal como algodón, lino, yute, fibras de coco, lana, seda y similares, o también puede ser artificial tal como celulosa regenerada, diacetatos y triacetatos de celulosa, fibras de vidrio y similares, o a base de materiales polímeros sintéticos tales como nylon, poliésteres, polímeros acrílicos, polipropileno y similares.

El presente invento utiliza compuestos aromáticos bromados, preferiblemente bromados, como materiales retardadores de la combustión. Los compuestos aromáticos preferidos son derivados de:

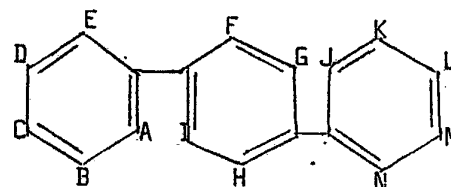
10



BENZENO I,

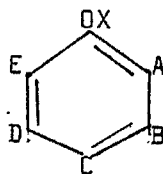


BIFENILO II ,

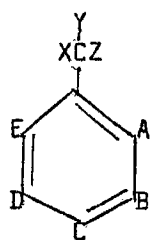


TERFENILO III ,

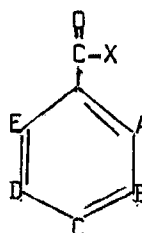
15



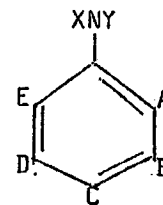
FENOL IV,



TOLUENO V,

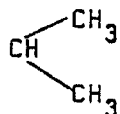


ACIDO BENZOICO VI,



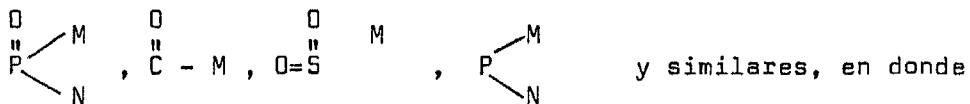
ANILIDA VII,

20

en donde A hasta N son iguales o diferentes y pueden ser H, Br, CH₃, C₂H₅, C₃H₇, , C₄H₉ y similares; y X, Y y Z pueden ser

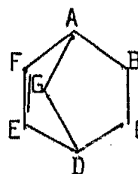
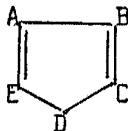
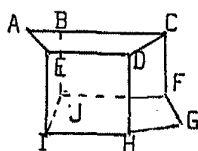


iguales o diferentes y pueden ser H, CH₃, C₂H₅, C₃H₇, C₆H₅,

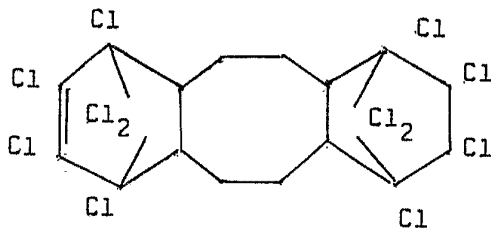


5 N y M pueden ser iguales o diferentes y pueden escogerse entre H, NH₄, NH₂, Na, K, Li, Ca, Mg, Ba, Sb, Ti, I, IV, VI, VII, y similares.

Compuestos cíclicos alifáticos de la naturaleza:

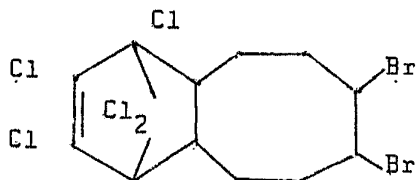


10

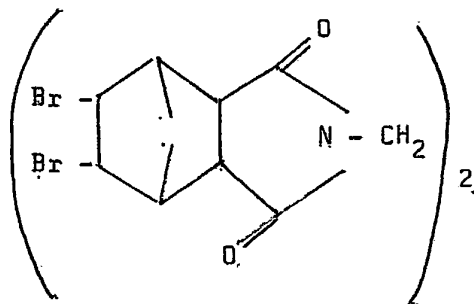


Bis(hexaclorociclopentadieno)-ciclooctano

15



Dibromohexaclorociclopentadieno-ciclooctano

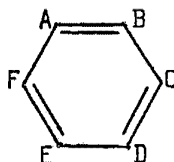


$N_1 N^1$ -etilbis(dibromonorbornenedicarboximida).

Los compuestos preferidos son:

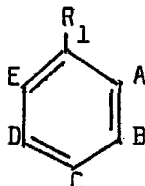
1.- Bencenos polibromados de la fórmula general:

5



en donde A hasta F son iguales o diferentes y pueden ser H, Br, estando presente al menos un átomo de Br en el anillo de benceno.

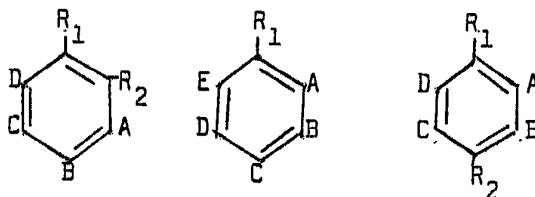
10



en donde R_1 puede ser alcoholo, preferiblemente de 1 a 5 átomos de carbono, tal como metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, isopropilo, ter.-butilo; alcoholos insaturados, haloalcoholos o polihaloalcoholos en que el resto o radical puede incluir hasta cuatro átomos de bromo, en donde los halógenos son cloro y/o bromo, y A, B, C, D, E son como arriba se ha indicado.

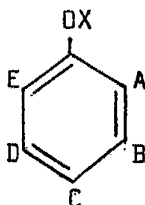
20

3.- Polibromodialcoholbencenos de la fórmula general:



5 en donde R_1 y R_2 son iguales o diferentes y son similares a los R_1 del apartado 2.

4.- Fenoles polibromados de la fórmula general



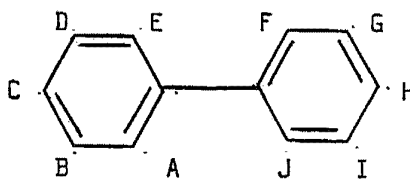
10 en donde X puede ser H, R, OR, $\overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} R_1$, $\overset{\text{H}}{\parallel} \text{C} \overset{\text{H}}{\text{C}} \text{H}_{2n}$, $\overset{\text{H}}{\parallel} \text{C} \overset{\text{H}}{\text{C}} \text{H}_{2n+1}$, $\overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} \text{C} \text{H}_{2n}$, $\overset{\text{H}}{\parallel} \text{C} \overset{\text{H}}{\text{C}} \text{H}_{2n+1}$, C_6H_5 , C_6H_{n+m} , en donde n es 1 a 4, X es

Cl o Br y m varía entre 1 y 5,

$\overset{\text{O}}{\parallel} \text{P} \begin{cases} \text{R} \\ \text{R}_4 \end{cases}$ en donde R_3 y R_4 son iguales o diferentes y pueden

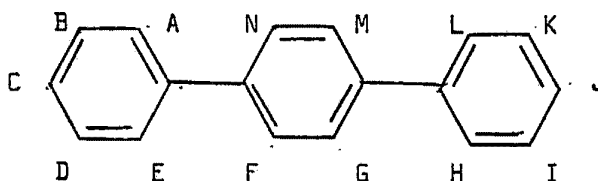
15 ser H, alcoholo preferiblemente de 1 a 5 átomos de carbono, bromoalcoholo, polibromoalcoholo y similares; arilo, fenilo, bromoarilo, bromofenilo, polibromoarilo, polibromofenilo, $\overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{R}_3$, NH_4 , NH_2 , Na, K, Li, Ca, Ba, Sb, Ti y similares;

5.- Bifenilos polibromados de la fórmula general:



5 en donde A hasta J son iguales o diferentes y pueden ser H, Br, alcoholo inferior C₁ hasta C₅, arilo, OH-C-X, siendo OH, NH₂, ONH₄, Na, K y similares.

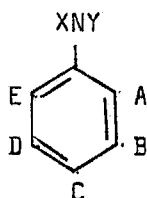
6.- Terfenilos polibromados de la fórmula general:



10

en donde A hasta N son igual que en el apartado 5.

7.- Anilinas polibromadas de la fórmula general:



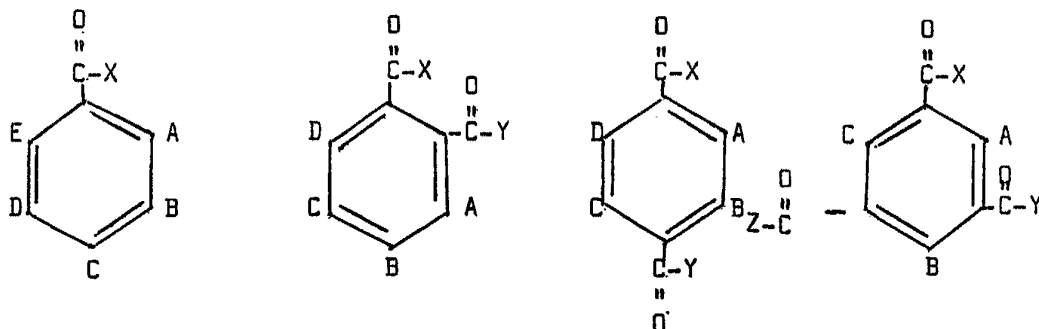
15

20 en donde A hasta E son iguales que en el apartado 5, y X así como Y son H, alcoholo inferior C₁ hasta C₅, arilo, bromoalcoholo, polibromoalcoholo, bromoarilo, polibromoarilo, fenilo, bromofenilo, polibromofenilo y similares.

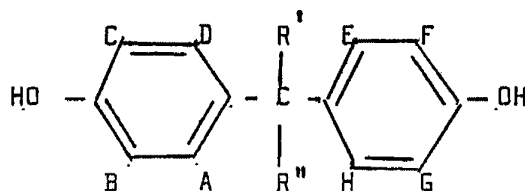
8.- Monoácidos y poliácidos aromáticos polibromados, anhídridos o ésteres de los mismos, de la fórmula general:



5



9.- Bisfenol A polibromado de la fórmula general:



10

En el procedimiento para preparar el agente protector contra la combustión del presente invento, se utiliza también un agente sinérgico que reacciona con el material orgánico halobromado a las temperaturas de la llama induciendo la descomposición de éste y liberando un gas no inflamable que forma una envolvente protectora alrededor del substrato inflamado, desplazando este agente al oxígeno fuera de la proximidad del substrato impidiendo de esta manera que se desarrolle el proceso de oxidación que es parte de la combustión.

15

20

Los agentes sinérgicos son normalmente óxidos metálicos de la fórmula general: Me_2O_n

en donde Me puede ser Al, Ga, Si, Ge, As, Sb, Bi, Ti, Zr y simila-



res, y n es la valencia del metal en su estado oxidado. Son especialmente útiles los óxidos de aluminio, germanio, antimonio y titanio.

5 Estos óxidos deben estar presentes también en un estado de finas partículas con el mismo tamaño que el del compuesto halobromado o uno menor.

10 El agente sinérgico es mezclado con el compuesto halobromado durante la preparación de la dispersión de FR, siendo la proporción de compuesto halobromado a agente sinérgico dependiente de la estabilidad del material halobromado y de la reactividad del óxido metálico particular que se emplea. Se ha encontrado que proporcionan los mejores resultados normalmente 3 a 7 partes de agente retardador de la combustión halobromado por cada parte de óxido metálico, preferiblemente de 4-6 partes por 1 parte.

15 Los polímeros en emulsión, denominados comunmente látices sintéticos, son materiales comercialmente accesibles, obtenidos por homopolimerización o copolimerización en emulsión de monómeros de la clase general



en donde R_1 y R_2 pueden ser iguales o diferentes y pueden ser seleccionados entre H, Cl, Br, CH_3 , C_nH_m en donde n es 1 a 5 y $m = 2n + 1$, COOH , CONH_2 , CN, $\text{CH} = \text{CH}_2$, C_6H_5 y similares.

25 Los monómeros preferidos son ésteres alcohólicos de los ácidos acrílico y metacrílico, amidas de los ácidos acrílico y metacrílico, acrilonitrilo, ácidos acrílico y meta



crílico, ácidos maleico o fumárico y ésteres alcohólicos de los mismos, cloruros de vinilo y vinilideno, estireno y butadieno.

Debido al infinito número de posibles combinaciones se clasificarán los polímeros en los siguientes grupos:

5 a.- Látices acrílicos, principalmente homopolímeros o copolí-
meros de ésteres alcohólicos de los ácidos acrílico o me-
tacrílico, que también pueden contener ácido acrílico o
metacrílico, acrilonitrilo, acrilamida, N-metilol-acrila
10 mida, cloruros de vinilo y vinilideno y similares. El gru-
po alcohilo de los ésteres puede contener también grupos
hidroxilo. La presencia de grupos reactivos tales como HO,
CONH₂, COOH, N - CH₃OH, sugiere la posibilidad de una re-
ticulación ulterior adicional, conduciendo el efecto del
calor a un mayor peso molecular y por lo tanto a políme-
15 ros mucho más estables. Estos tipos de polímeros son de-
nominados látices de reticulación, de autorreticulación
o termoendurecibles.

20 b.-Látices de acrilonitrilo; en donde el ingrediente princi-
pal es acrilonitrilo, los cuales se pueden encontrar en
forma de homopolímeros o de copolímeros, igual que en el
apartado a.

c.-Látices de cloruro de vinilo; en donde el constituyente
principal es este monómero homopolimerizado o copolimeri-
zado igual que en el apartado a.

25 d.-Látices de cloruro de vinilideno;



e.- Látices de ABS (acrilonitrilo - butadieno - estireno);
en donde estos tres monómeros son los ingredientes principales y también pueden estar copolimerizados con otros monómeros igual que en el apartado a.

5 f.- Látices de SBR (caucho de estireno - butadieno)

g.- También se emplean polímeros en emulsión obtenidos de la reacción de un poliisocianato y un poliol alifático que puede ser un poliéter, un poliéster o una policaprolactona, siendo el poliisocianato preferido una mezcla de isómeros de toluen-diisocianato y siendo el poliol preferido un producto condensado de polietilenglicol que tiene un peso molecular superior a 3.000, denominado comúnmente
10 látex de poliuretano.

La razón de mezclar estos diversos monómeros es la
15 de lograr polímeros con propiedades de película variable, tales como :

1. Tacto de la película.- Este puede variar desde blando a duro y desde pegajoso a seco. Este parámetro es medido por la temperatura de transición vítrea (T. V.) o en algunos
20 casos por T_{300} (temperatura a la cual el módulo de torsión de una película secada al aire es de 300 kg/cm^2). Ambas temperaturas son medidas en $^{\circ}\text{C}$ y pueden oscilar entre -100°C y $+100^{\circ}\text{C}$. Como regla general, cuanto menor es la T.V. o la T_{300} tanto más blanda es la película, haciéndose más dura la película con temperaturas crecientes.
25



2. Resistencia al hinchamiento con disolventes.- Se sabe que los látices son hinchados al ser humedecidos con disolventes orgánicos, especialmente clorados, dando como resultado una carencia de durabilidad frente a la limpieza en seco. Esta propiedad es mejorada introduciendo lugares reticulables en la molécula del polímero.
3. Resistencia mecánica de la película.- La resistencia mecánica de la película es también mejorada aumentando el peso molecular del polímero por medio de la introducción de lugares reticulables que son hechos reaccionar por calor y/o por catalizadores.
4. Adherencia de la película.- Esta propiedad es muy importante dado que la durabilidad del agente retardador de la combustión dependerá grandemente de ella.

En el procedimiento para preparar la dispersión de agente retardador de la combustión se dispersan 1 a 4 partes, preferiblemente 2 a 3 partes, de un material orgánico halobromado en forma de polvo finamente dividido, en 1 parte de agua que contiene 0,1 a 1% de agente humectante aniónico por medio de la utilización de un mezclador de elevado cizallamiento. Después de que está completa la adición se añaden lentamente 0,1 a 1 parte, preferiblemente 0,2 a 0,4 partes, de un óxido metálico, basado en el peso del compuesto orgánico halobromado. Después de que la adición está completa, la dispersión es estabilizada añadiendo 0,1 a 0,5 %, preferiblemente 0,2 a 0,3%, basado en el peso de la dispersión, de un coloide protector

419918



tal como etoxi-celulosa.

5 En el caso en que sea necesario retardar la combustión de un sustrato dado, se disuelven 0,5 a 1,5 partes, preferiblemente 0,8 a 1,2 partes, de FR en 1 parte de agua con suave agitación. A esta solución se añade 0,05 a 0,4, preferiblemente 0,1 a 0,3, partes de un látex que contiene 35 a 65%, preferiblemente 45 a 55%, de un polímero. Para tratar sustratos hidrófobos se añade 0,5 a 1,5%, preferiblemente 0,8 a 1,2% de un agente humectante.

10 El sustrato a tratar es sumergido en esta solución y el exceso es eliminado exprimiendo entre dos rodillos. El material húmedo es secado al aire en un horno a 80°C hasta 130°C, preferiblemente 100°C hasta 110°C y es secado en estufa a 140°C hasta 180°C, preferiblemente 150°C hasta 170°C durante 1/2 a 5 minutos, preferiblemente 1 1/2 a 3 minutos.

15 Cuando el sustrato que ha de ser tratado o bien es intrínsecamente resistente a la combustión o bien ha sido retardado frente a la combustión en una operación separada y debe ser tratado con un látex inflamable con el fin de lograr algún efecto deseable sobre el sustrato, la solución de tratamiento es preparada del siguiente modo: a 1 parte de agua se añaden 0,5 a 1,5 partes, preferiblemente 0,8 a 1,2 partes de látex, y la solución es mezclada hasta quedar uniforme. Se añaden 0,05 a 0,2 partes, preferiblemente 0,1 a 0,15 partes, de dispersión de FR basado en el peso del látex y se mezclan hasta uniformidad. En este punto se incorporan en cualquier

20

25



proporción requerida cualesquiera otros agentes auxiliares necesarios, tales como pigmentos, espesantes, materiales de carga, plastificantes, agentes humectantes, catalizadores y similares, y luego la solución es removida y mezclada.

5 La solución de tratamiento es aplicada luego al substrato resistente a la combustión por cualquier método conveniente, por ejemplo impregnación, recubrimiento, estampación, saturación y métodos similares, y los géneros húmedos son secados y luego secados en estufa igual a como anteriormente se ha indicado.

10

EJEMPLO 1

70 partes de decabromo-bifenilo finamente dividido, que posee un tamaño medio de partículas entre 1 y 2 micras, fueron añadidas lentamente a 50 partes de agua que contenía

15 0,2 % de agente humectante aniónico del tipo de alcohol-aril-sulfonato, bajo intensa agitación con un mezclador de elevado cizallamiento y alta velocidad. Después de completar la adición del compuesto bromado se añadieron lentamente 12 partes de trióxido de antimonio finamente dividido que poseía

20 un tamaño medio de partículas entre 1 y 2 micras al tiempo que se continuaba la agitación. Después de que fue añadido todo el trióxido de antimonio la dispersión blanca lechosa resultante fue estabilizada por adición de 5 partes de una solución acuosa al 4%, que tenía una viscosidad de 300.000 centipoises, de etoxicelulosa. Esta dispersión, obtenida de este

25



modo, permaneció uniforme después de almacenamiento prolongado a la temperatura ambiente y fue designada como dispersión I.

5 50 partes de dispersión I fueron disueltas luego en 40 partes de agua y se añadieron 10 partes de una emulsión acuosa al 50% de un copolímero de acrilato de etilo y acrilamida que tenía una T_{300} de -47°C .

10 Una tela tejida en telar que pesaba $135,6 \text{ g/m}^2$ compuesta por 50% de algodón y 50% de poliéster fue tratada a continuación con esta solución sumergiéndola en la misma y eliminando el exceso mediante exprimido entre dos rodillos. La absorción de humedad era de 90%. La tela fue seguidamente secada a 110°C y luego secada en estufa a 150°C durante 3 minutos.

15 La tela así obtenida era de tacto bastante blando y fué ablandada adicionalmente impregnándola con una emulsión al 10% de agente ablandador de polietileno en agua.

20 La resistencia a la combustión de la tela así tratada fue evaluada ensayando de acuerdo con un método de ensayo que se da en "Standard for the Flammability of Children's Sleepwear" (Normas para la Inflamabilidad de Ropas de Camas de Niños) DOC FF3-71 que dá una longitud de carbonización media inicial de 37,5 mm y de 50 mm después de 50 operaciones de lavado mecánico y de secado por volteo.



EJEMPLO II

70 partes de hexabromobenceno finamente dividido, que tenía un tamaño medio de partículas entre 1 y 2 micras, fueron dispersadas en 50 partes de agua de una manera similar a como se dispersó la dispersión I. 15 partes de óxido de aluminio fueron añadidas al compuesto bromado dispersado y esta dispersión fue estabilizada como la dispersión I. Este material fue designado como dispersión II.

40 partes de dispersión II fueron disueltas en 52 partes de agua y se añadieron 8 partes de una emulsión al 50% de un copolímero de estireno-butadieno que tenía una temperatura de transición vítrea de -80°C .

Una pieza de tela de punto de telar circular a base de algodón al 100% que pesaba $271,2 \text{ g/m}^2$ fue sumergida en esta solución y el exceso fue eliminado exprimiendo entre dos rodillos. La absorción de humedad era de 120%, y la tela fue seguidamente secada a 110°C y luego secada en estufa a 150°C durante 3 minutos. La tela fue ablandada impregnándola mediante una emulsión al 10% de un agente ablandador de polietileno y luego fue secada.

Se juzgó que la tela era retardadora de la combustión utilizando el método bosquejado en DDC FF3-71, dando una longitud de carbonización media inicial de 25 mm y de 62,5 mm después de 50 operaciones de lavado mecánica y secado por volteo.

EJEMPLO III

70 partes de pentabromotolueno finamente dividido y



20 partes de dióxido de titanio, que tenía un tamaño medio de partículas entre 1 y 2 micras, fueron dispersadas en 50 partes de agua igual que en el Ejemplo I. Esta dispersión fue designada como dispersión III.

5 50 partes de dispersión III fueron disueltas en 40 partes de agua y se añadieron a esta solución 10 partes de un látex de acrilonitrilo-estireno-butadieno al 50% que tenían una temperatura de transición vítrea de -60°C . La mezcla resultante fue impregnada sobre una tela tejida en telar
10 compuesta por 80% de rayón y 20% de diacetato de celulosa, de una manera similar a como se efectuó en los Ejemplos I y II. La tela fue secada a 110°C , secada en estufa a 150°C , ablandada en la parte superior con una emulsión al 10% de un agente ablandador de polietileno, y luego secada de nuevo.

15 La tela tratada dió una longitud de carbonización media de 75 mm inicialmente, cuando se ensayó de acuerdo con el ensayo de inflamabilidad AATCC 34-1967, una longitud de carbonización media de 100 mm después de 5 operaciones de lavado mecánico y secado por volteo, y una longitud de carboni-
20 zación media de 125 mm después de 5 operaciones de limpieza en seco comercial.

EJEMPLO IV

25 70 partes de tris-dibromofenil-fosfato y 10 partes de trióxido de antimonio, que tenía un tamaño medio de partículas entre 1 y 2 micras, fueron dispersadas en 40 partes de agua igual que en el Ejemplo I. Esta dispersión fue designada como dispersión IV.



50 partes de una emulsión al 50% de un látex de copolímero de acrilato de butilo - N - metilolacrilamida - acrilonitrilo que tenía una temperatura de transición vítrea de 0°C fueron dispersadas en 30 partes de agua. A esta solución se añadieron 10 partes de una dispersión acuosa al 50% de Disperse blue 1 (color index 442.025) y 10 partes de dispersión IV, y la mezcla resultante fue agitada hasta ser uniforme.

Una tela para cortinajes, a base de fibras de vidrio, tejida en telar el 100% , fué sumergida en esta solución, el exceso fue eliminado exprimiendo entre dos rodillos para obtener una absorción de humedad de 50%, fue secada a 110°C y luego secada en estufa a 150°C durante 3 minutos.

Esta tela dió una longitud de carbonización media de 75 mm cuando fue ensayada utilizando el ensayo de inflamabilidad AATCC 34-1967, inicialmente, después de 5 operaciones de lavado mecánico y secado por volteo y después de 5 operaciones de limpieza en seco comercial.

EJEMPLD V

20 70 partes de tribomoanilida finamente dividida y 15 partes de trióxido de aluminio micropulverizado, que tenía un tamaño medio de partículas entre 1 y 2 micras, fueron dispersadas en 50 partes de agua siguiendo el método que se da en el Ejemplo I. Esta dispersión fue designada como dispersión V.

25 0,5 partes de pirofosfato tetrasódico fueron disuel-



tas en 14,5 partes de agua. Bajo intensa agitación se añadieron 10 partes de una arcilla finamente dividida y 5 partes de dispersión V. Después de completarse la adición se incorporaron en la mezcla 45 partes de una emulsión acuosa al 50% de un polímero obtenido por la copolimerización de acrilato de etilo, N-metilolacrilamida, acrilonitrilo y ácido acrílico, que tenía una temperatura de transición vítrea de -2°C . La viscosidad de esta dispersión fue ajustada a 35.000 centipoises añadiendo 24 partes de una solución al 4% de metoxicelulosa. Finalmente, se mezcló con esta dispersión 1 parte de una solución al 10% de ácido oxálico (catalizador ácido). Esta dispersión fué designada como dispersión V-A.

Una pieza de tela a base de 80% de rayón y 20% de diacetato de celulosa, tratada como en el Ejemplo III, fué recubierta sobre un lado como dispersión V-A. Utilizando una cuchilla de espátula hasta una carga de 70% con respecto al peso de la fibra. La tela fue secada a 125°C y curada a 160°C durante 2 minutos.

La tela así tratada dió una longitud de carbonización de 75 mm, cuando fue ensayada de acuerdo con el método AATCC 34-1.967, inicialmente, después de 5 lavados mecánicos y 5 limpiezas en seco. La misma tela recubierta con la misma composición, pero sin dispersión V, fué consumida enteramente al ser ensayada por este método de inflamabilidad.

25

EJEMPLO VI

70 partes de anhídrido de ácido tetrabromoftálico fi



5 namente pulverizado y 10 partes de trióxido de arsénico, que tenía un tamaño medio de partículas entre 1 y 2 micras, fueron dispersadas en 40 partes de agua de modo similar al Ejemplo I. La dispersión resultante fue designada como dispersión VI.

Utilizando un molino de grava normal se preparó una pintura de látex para exteriores utilizando las siguientes formulaciones:

		Partes en peso	
		VI-A	VI-B
10	Agua	300	300
	Agente dispersante aniónico	1	1
	Espesante de hidroxietilcelulosa	5	5
	Talco	125	125
15	Dióxido de titanio rutilo	225	225
	Copolímero de acetato de vinilo-acrilato de etilo con 50% de sólidos	400	400
	Dispersión VI	45	

20 - Las dispersiones fueron preparadas resolviendo previamente los ingredientes en el orden establecido en un depósito equipado con un mezclador de alto cizallamiento y elevada velocidad, y luego transfiriendo la dispersión resultante al molino de grava y amasando durante 5 horas.

25 Dos piezas de madera contrachapada fueron recubiertas por ambos lados con dispersiones VI-A y VI-B utilizando una brocha de pintura, y fueron secadas al aire a la



temperatura ambiente.

La inflamabilidad de ambas piezas de madera contrachapada fue ensayada aplicando a ellas una llama procedente de un mechero de butano durante 15 segundos. La pieza de ma
5 dera contrachapada tratada con dispersión VI-A se apagó inmediatamente después de haber retirado el mechero dando una superficie carbonizada en donde la llama estaba en contacto con el recubrimiento, mientras que la madera contrachapada recubierta con dispersión VI-B continuó la combustión hasta consumirse totalmente.
10

EJEMPLO VII

70 partes de hexaclorociclopentadieno-dibromociclooctano finamente dividido y 10 partes de trióxido de antimonio micropulverizado, que tenía un tamaño medio de partículas entre 1 y 2 micras, fueron dispersadas en 40 partes de agua
15 siguiendo el método que se da en el Ejemplo I. Esta dispersión fue designada como dispersión III.

20 20 partes de dispersión VII fueron dispersadas en 40 partes de agua y 40 partes de una emulsión acuosa al 50% de un polímero obtenido por reacción de una mezcla de isómeros de toluendiisocianato y un producto de condensación de etilenglicol, que tenía un peso molecular de aproximadamente 4,000 y un índice de hidroxilo del Ejemplo II.

25 Una pieza de tela de tapicería al 100% de nylon fue sumergida en esta solución y se eliminó el exceso exprimiendo entre dos rodillos para lograr una absorción de humedad

419918

24



de 70% y luego se secó a 125°C.

5 La tela tratada de este modo fue juzgada como re-
tardadora de la combustión cuando dió una longitud de carboni-
zación de 75 mm cuando se ensayó de acuerdo con el método
AATCC 34-1969, mientras que la tela no tratada se quemó en to-
da su longitud cuando fue ensayada de acuerdo con el mismo mé-
todo.

10 Utilizando las técnicas y formulaciones de cua-
lesquiera de los ejemplos dados, es decir los Ejemplos I a VII,
pueden utilizando los siguientes compuestos para su aplicación
a las diferentes bases o substratos identificados en los di-
versos Ejemplos.

	Bifenilo polibromado	= hexabromo
	Bifenil-óxido polibromado	= decabromo-bifenil-óxido
15	Benceno polibromado	= hexabromo
	Tolueno polibromado	= pentabromo-tolueno
	Clorotolueno polibromado	= tetrabromo
	Fenol polibromado	= pentabromo-fenol
	Anilina polibromada	= dibromoanilina
20	Acido benzóico polibromado	= ácido dibromobenzoico
	Tris-fosfatos de fenoles polibromados	
	Ciclopentano polibromado	= tetrabromo-ciclo
	Ciclohexano polibromado	= hexabromo-ciclo
	Ciclooctano polibromado	= hexabromo-ciclo
25	Ciclododecano polibromado	= hexabromo-ciclo
	Ciclododecano polibromado	= hexabromo-ciclo



Hexaclorociclopentadieno-dibromo
ciclooctano = hexabromo-ciclo

N,N'-etil-bis-(dibromo-norborne-
no-dicarboximida) = hexabromo-ciclo

5 Percloro-pentaciclodecano

----- N O T A -----

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

10 1.- Método para retardar la combustión de materias
inflamables, caracterizado porque comprende: tratar dichos
materiales con una dispersión acuosa de un compuesto orgáni-
co bromado y un óxido metálico, siendo ambos materiales sólidos
a la temperatura ambiente, insolubles sustancialmente en
agua y habiendo sido reducidos a un tamaño medio de partícu-
las hasta de 5 micras, conjuntamente, en el mismo baño, con
15 una emulsión acuosa de un aglutinante polímero adhesivo apro-
piado, y luego secar.

20 2.- Método de acuerdo con la reivindicación 1, ca-
racterizado porque el secado se lleva a cabo a temperaturas
elevadas.

3.- Método de acuerdo con las reivindicaciones an-
teriores, caracterizado porque el material es secado en estu-
fa para curar el material polímero.

25 4.- Método según reivindicaciones anteriores, ca-
racterizado porque el material sólido bromado es selecciona-
do del grupo : difenilo polibromado; bifenil-óxido polibromado;



benceno polibromado; tolueno polibromado; clorotolueno poli-
bromado; fenol polibromado; anilina polibromada; ácido benzoi-
co polibromado; tris-fosfatos de fenoles polibromados; ciclo-
pentano polibromado; ciclohexano polibromado; ciclooctano po-
libromado: ciclodecano polibromado; ciclododecano polibromado;
5 hexaclorociclopentadieno-dibromociclooctano; N,N'-etil-bis-(dibro-
mo-norborneno-dicarboximida).

5.- Método según reivindicaciones anteriores, carac-
terizado porque el óxido metálico es seleccionado del grupo:
10 Al, Ga, Si, Ge, As, Sb, Bi, Ti y Zr.

6.- Método según reivindicaciones anteriores, carac-
terizado porque los látices son seleccionados del grupo:
polímeros de ésteres de ácido acrílico; copolímeros de estire-
no-butadieno; copolímeros de acrilonitrilo-estireno-butadieno;
15 copolímeros de acrilato de etilo-N-metilolacrilamida-acriloni-
trilo-ácido acrílico; copolímeros de acetato de vinilo-acrila-
to de etilo; polímeros de acrilato de butilo-N-metilolacrilami-
da-acrilonitrilo; polímeros de poliuretano.

7.- METODO PARA RETARDAR LA COMBUSTION DE MATERIAS
20 INFLAMABLES.

Tal como se describe y reivindica en la presente
Memoria Descriptiva, que consta de veintinueve hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid, 24 OCT. 1973

CARLOS FERNANDEZ GONZALEZ
P.P.