

PATENTE DE INVENCION

=====

FMC 5501.



Int. Cl.: C08G/D06M

422739

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FOSFAZENOS POLIMERICOS
CONDENSADOS.

=====

Solicitante: FMC CORPORATION, entidad norteamericana, residente en
633 Third Avenue, New York, New York 10017, EE.UU. de A.

=====

Esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar fosfazenos poliméricos condensados mediante el tratamiento de ésteres parciales de cloruros fosfonitrílicos que contienen 1 a 15 % en peso de cloro, basado en el

5. peso del éster parcial, con una base de amina terciaria,

**POOR
QUALITY**



en donde se presenta la eliminación del subproducto de cloruro hidrocarbonado, a temperaturas de por lo menos 20°C; estos fosfazenos poliméricos son útiles para regenerar filamentos y artículos filamentosos de celulosa, que son hechos permanentemente ignífugos al distribuir en los mismos cantidades ignífugas de los fosfazenos poliméricos, líquidos, sustancialmente insolubles en agua, producidos por el procedimiento de la invención.

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

Es conveniente, para la mayor parte de las finalidades textiles, proporcionar fibras e hilos de celulosa que posean una inflamabilidad grandemente reducida. En la fabricación de rayón por el método viscosa, la adición de varios productos químicos ignífugos a la viscosa antes de la hilatura, presenta cierto número de problemas debido a la química particular del proceso viscosa. El ignífugo deberá ser estable e inerte con respecto a la viscosa altamente alcalina así como con respecto al baño de regeneración ácido en el cual se extrae la viscosa. Dicho ignífugo no deberá ser extractado durante la hilatura y procesado. Además, el material añadido no deberá interferir con el proceso de hilatura, por ejemplo, causando el taponamiento de las hileras.

El rayón se ha hecho permanentemente ignífugo mediante la dispersión en el mismo de una cantidad ignífuga de un polímero fosfonitrílico, líquido, sustancialmente insoluble en agua, tal y como describe Godfrey en las Patentes USA Nos. 3.455.713, 3.505.087 y 3.532.526, concedidas el 15 de julio de 1.969, 7 de abril de 1.970 y 6 de octubre de 1.970, respectivamente. Las composiciones de Godfrey no degradan seriamente las propiedades de la fibra de rayón y durante la operación de hilatura de la fibra se retiene cantidades del



5. ignífugo adecuadas para incrementar la resistencia al fuego de rayón. Sin embargo, ha sido deseable el hallazgo de unos ignífugos más eficaces, a la vez que posean una retención mejorada en la fibra durante la hilatura de la misma y en el ulterior lavado del género, al objeto de permitir la obtención de una ignifugacidad adecuada para un bajo nivel de aditivo. Esto, a su vez, reduce al mínimo el baño de las propiedades físicas de las propiedades de rayón y disminuye el costo.

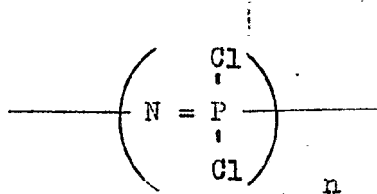
10. Según la presente invención, se proporciona un nuevo procedimiento para la producción de nuevos fosfazenos poliméricos condensados que, cuando se dispersan en celulosa regenerada, hacen a esta última altamente ignífuga, y que exhiben características mejoradas de retención en la fibra durante la hilatura de fibras a partir de la celulosa regenerada y en el
15. ulterior lavado de los géneros fabricados a partir de dichas fibras.

20. El proceso de esta invención comprende tratar un éster parcial de cloruro fosfonitrílico con una base de amina terciaria, tal como piridina, a una temperatura de por lo menos 20°C, con lo cual se elimina el subproducto de cloruro hidrocarbonado y se produce un éster de fosfazeno polimérico condensado de peso molecular y viscosidad incrementadas. El éster parcial de cloruro fosfonitrílico se prepara a partir de un alcóxido metálico o alcohol adecuados, teniendo cada
25. uno de éstos de 1 a 12 átomos de carbono. Metales adecuados incluyen, entre otros, sodio y potasio. El cloruro fosfonitrílico parcialmente esterificado puede estar compuesto de 100 % de polímeros lineales o 100 % de polímeros cíclicos, o cualquier mezcla de polímeros lineales y cíclicos. En términos
30. generales, el éster parcial contiene de 1 a 15 % en peso apro-

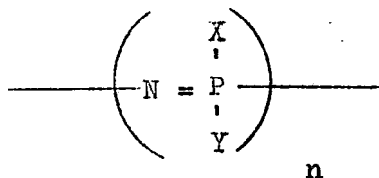


ximadamente, es decir de 1 a 15 partes en peso de cloro basado en 100 partes en peso de éster parcial, y con preferencia de 3 a 10 %, de cloro sin reaccionar basado en el peso del éster parcial.

5. Los polímeros de cloruro fosfonitrílico pueden representarse por la fórmula general:



10. en la que n es por lo menos 3 y puede ser un entero de hasta aproximadamente 9 para los polímeros cíclicos y hasta 15 - 20 o más, aproximadamente, para los polímeros lineales, teniendo un peso molecular promedio en número de 1.100 a 1.500 aproximadamente. Los ésteres parcialmente clorados pueden prepararse por reacción de estos polímeros fosfonitrílicos con un alcohol o alcóxido metálico que tiene de 1 a 12 átomos de carbono, para producir un éster parcialmente clorado, tanto cíclico como lineal, que puede ser representado por la fórmula general:



20. en la que n se define como anteriormente y X e Y representan sustituyentes iguales o diferentes incluyendo cloro y grupos -OR en donde R representa un grupo hidrocarburo alifático, cicloalifático, aromático o heterocíclico, siendo el radical alifático de cadena recta o ramificada y con 1 a 12 átomos de carbono. Preferiblemente, R es un grupo alquilo o alquenilo
- 25.



que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, prefiriéndose en particular el radical n-propilo. Los radicales cicloalifáticos tienen de 4 a 6 átomos de carbono y los radicales aromáticos tienen de 6 a 10 átomos de carbono; R puede tener también grupos sustituyentes, incluyendo halógenos, grupos éter o grupos amino.

5.

Existen dos técnicas básicas para llevar a cabo el proceso de la presente invención. En el primer método, el éster parcial de cloruro fosfonitrílico se trata con una amina terciaria a una temperatura de 50 a 220°C aproximadamente, con

10.

preferencia de 50 a 150°C aproximadamente, para producir los nuevos polímeros de fosfazeno condensados de peso molecular y viscosidad incrementados. El tiempo durante el cual se lleva a cabo el tratamiento es, naturalmente, una función de la temperatura, y varía desde unos cuantos minutos hasta 30 ho-

15.

ras o más. La amina terciaria y el subproducto de cloruro hidrocarbonado son separados para dejar al polímero de fosfazeno viscoso, generalmente de una viscosidad bombeable. Alternativamente, en el segundo método básico, el éster parcial puede prepararse in situ, por reacción de un cloruro fosfonitrílico

20.

con un alcohol adecuado de 1 a 12 átomos de carbono, en presencia de la amina terciaria, y a una temperatura de 20 a 150°C aproximadamente; la reacción se desarrolla para producir los nuevos productos de fosfazeno condensados de esta invención.

25.

Los fosfazenos condensados de esta invención son generalmente líquidos bombeables de una viscosidad relativamente elevada. Los materiales de viscosidad muy elevada o semisólidos pueden ser diluidos con disolventes o fosfazenos de peso molecular inferior, para facilitar su incorporación al rayón.

30.

La formación del éster parcial puede efectuarse haciendo reaccionar el cloruro fosfonitrílico con un alcóxido, o



- un alcohol, en presencia de un aceptor de ácido, tal como una amina terciaria o un carbonato tal como carbonato sódico o potásico. Cuando la esterificación se efectúa añadiendo el cloruro fosfonitrílico a una solución o lechada agitada del alcóxido, se emplea un defecto estequiométrico del alcóxido para preparar un éster parcial que contiene de 1 a 15 % aproximadamente de cloro residual sin reaccionar. Alternativamente, y con preferencia, puede emplearse un proceso de adición inversa en el cual el alcóxido se añade al cloruro fosfonitrílico y, en esta última técnica, el cloro residual sin reaccionar se distribuye más uniformemente entre las moléculas del éster parcial. Esto es debido a la reactividad que progresivamente aumenta de los átomos de cloro, a medida que son sustituidos en el cloruro fosfonitrílico. La esterificación se efectúa convenientemente en un disolvente o diluyente inerte y en general la reacción de esterificación se realiza a la temperatura de reflujo del disolvente y/o diluyente como medio de reacción. Desde luego, el proceso para preparar el éster parcial puede también realizarse continuamente, tal como por alimentación continua de cantidades adecuadas de cloruro fosfonitrílico y alcóxido a un reactor.

- La condensación del éster parcial en presencia de la amina terciaria, se efectúa convenientemente por calentamiento bajo vacío, con preferencia 5 a 400 mm de mercurio, para facilitar la eliminación del subproducto de cloruro hidrocarbonal y de cualquier disolvente o diluyente retenido empleado en la reacción de esterificación. La condensación del éster parcial bajo vacío requiere menos tiempo, existe menos formación de color en el producto final y pueden eliminarse fácilmente el disolvente residual y cualesquiera otras impu-



rezas de bajo punto de ebullición que permanezcan en la mezcla de reacción.

5. Para producir el producto de esta invención, no se requiere ninguna instalación especial. Puede aplicarse un reactor normal con los dispositivos de dosificación, agitación, calentamiento, refrigeración, reflujo y destilación. Después de la eliminación del cloro ligado residual, en el nivel deseado, la amina terciaria se elimina por medios adecuados, tales como por destilación en vacío. Durante la reacción, parte del cloruro hidrocarbonado desprendido puede reaccionar con la amina terciaria para formar compuestos cuaternarios. Estos compuestos pueden permanecer en el producto sin que lo afecten de modo adverso. Opcionalmente, pueden eliminarse por lavado con agua.
10. Las aminas terciarias adecuadas para emplearse en el proceso de esta invención, incluyen las aminas aromáticas heterocíclicas, mononucleares y polinucleares, las aminas alifáticas de fórmula $R_1R_2R_3N$ en donde R_1 , R_2 y R_3 representan grupos alquilo y alquenoilo iguales o diferentes, con 1 a 10 átomos de carbono aproximadamente, y aminas aromáticas y aralquilaminas de fórmula $R_4R_5R_6N$, en donde R_6 representa arilo y R_4 y R_5 representan grupos alquilo y alquenoilo de 1 a 10 átomos de carbono. Dichas aminas terciarias deberán estar libres de átomos de hidrógeno activo, es decir, no deberán contener grupos amino primario o secundarios, pero pueden contener más de un nitrógeno terciario. Dichas aminas deberán estar libres de sustituyentes hidroxilo.

15. Ejemplos de aminas terciarias incluyen: piridina, α -, β - y ω -picolina, 5-etil-2-picolina, trimetilpiridina, 20. vinilpiridina; compuestos heterocíclicos puenteados tales como



quinuclidina; quinolina, isoquinolina, metilquinolina, tri-
lares. También son adecuados los compuestos tales como tri-
etilamina, tripropilamina, tributilamina, trioctilamina, N-me-
til-N-etilpropilamina, N,N-dietilpropilamina, dimetilanilina,
5. dietilanilina, dietil-o-toluidina, trietilendiamina y aminas
terciarias similares. En particular, son adecuadas y preferi-
das para utilizarse en el proceso de esta invención, la piri-
dina y las piridinas sustituidas una, dos o tres veces con
10. grupos alquilo inferior, teniendo dicho grupo alquilo de 1 a 6
átomos de carbono.

La cantidad de amina terciaria que se utiliza en el
proceso de la invención, es muy variable. En términos genera-
les, deberá emplearse como mínimo 1 % en peso, basado en el
15. peso del éster parcial, es decir, una parte en peso de amina
por cada 100 partes en peso de éster. No existe límite supe-
rior con respecto a la cantidad de amina terciaria que ha de
ser empleada, ya que se ha encontrado que un gran exceso no
afecta de modo adverso a la reacción. Cuando se utilizan las
aminas terciarias preferidas antes indicadas, tal como piri-
20. dina, se ha encontrado que deberá emplearse por lo menos 25 %
en peso, con preferencia de 50 a 75 % en peso, basado en el
peso del éster parcial. De nuevo, pueden utilizarse cantida-
des superiores sin que se produzcan efectos adversos.

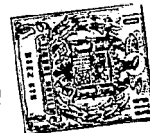
La cantidad de ignífugo de esta invención, dispersa-
do en la celulosa regenerada (rayón), depende de la provisión
25. de un equilibrio adecuado entre la ignifugacidad y las propie-
dades de la fibra. Las cantidades útiles pueden oscilar entre
10 y 40 %, con preferencia entre 15 y 25 % en peso, basado en
el peso de celulosa del filamento. Los compuestos ignífugos de
30. esta invención son incorporados en los filamentos de celulosa



- regenerada, en cualquiera de los procesos conocidos para la preparación de dichos filamentos. A pesar de que se prefiere el proceso viscosa, los compuestos ignífugos pueden ser incorporados en soluciones celulósicas, hilados a filamentos y regenerada la celulosa. De este modo, pueden utilizarse el
5. método de cupramonio y el método de des-esterificación de ésteres de celulosa, para preparar filamentos de celulosa regenerada que poseen, incorporados en los mismos, dichos compuestos ignífugos.
10. En una versión preferida de esta invención, los citados fosfazenos poliméricos condensados se incorporan en una solución de viscosa y la viscosa se hila en una forma de uno o más filamentos, en un medio coagulante y regenerante. Los filamentos formados se tratan a continuación empleando técnicas bien conocidas en el campo del rayón, para proporcionar
15. filamentos continuos, fibras e hilos, así como fibras cortas. Estos pueden utilizarse para preparar cualquier artículo textil conocido en los cuales se desea la propiedad de ignífugacidad.
20. Los siguientes ejemplos, incluyendo la Tabla, ilustran adicionalmente la invención. Todas las proporciones indicadas en los ejemplos y memoria, son en peso, moles y moles-gramo, y la temperatura se expresa en grados centígrados, siempre y cuando no se indique lo contrario. Cuando los porcentajes se refieren a otro material, se quiere dar a entender las partes en peso por 100 partes en peso de dicho otro
25. material.

EJEMPLO 1

30. A una mezcla de 334 g (14,5 moles) de sodio metálico en 5,2 litros de xileno, se añaden 1.205 ml (16,1 moles) de



n-propanol, a 102 - 118°C, durante un periodo de 1 hora. La mezcla se agita a 110° durante media hora más, para completar la reacción. La mezcla se carga entonces en un reactor que contiene una solución al 30 % de cloruro fosfonitrílico cíclico al 91 % (928 g, 16 equivalentes) en clorobenceno.

5.

La carga se completa en 1 hora a temperaturas de hasta 130°. La mezcla de reacción se refluje durante 2 horas y media, en cuyo tiempo se destilan 2,4 litros de alcohol y disolventes, a temperaturas de hasta 138°. El reflujo se continúa a 134° durante 24 horas más. Después de lavar y concentrar el producto, se obtienen 1.200 g de producto éster. El análisis se muestra a continuación como fluido (A).

10.

Una parte alicuota de 500 g de éster (A) se agita con 250 g de piridina reactiva, a 100°, durante 5 horas y media, bajo nitrógeno.

15.

La masa de reacción se concentra a 85°, 0,3 torr. Se obtienen 450 g de producto, designado a continuación como fluido (B). Se disuelve una muestra de 60 g de fluido (B) en 100 ml de clorobenceno y se agita con 10 ml de bicarbonato sódico acuoso saturado. La separación de la solución clorobencénica seguido por el secado y concentración a 85°, 0,3 torr, proporciona un producto designado como fluido (C). A continuación se ilustra el análisis (el balance del análisis elemental es oxígeno y trazas de impurezas):

20.

25.

	<u>Fluido (A)</u>	<u>Fluido (B)</u>	<u>Fluido (C)</u>
C	40,39	40,87	40,25
H	8,02	7,66	7,80
N	9,03	9,71	9,64
P	19,63	20,06	21,02
Cl	4,29	1,29	0,50

30.



	Fluido (A)	Fluido (B)	Fluido (C)
Peso molecular	733	1162	1299
Indice de acidez	5,0	4,6	3,5
Indice de refracción a 24°	1,4642	1,4735	1,4705
5. Viscosidad (cs a 25°)	125	5.000	5.000

EJEMPLO 2

10. A un reactor de 12 litros se añaden 1.160 g (20 equivalentes) de cloruro fosfonitrílico cíclico en clorobenceno (solución al 30 %). A la solución, se añade piridina (3,2 litros, 46 moles) y se agita la solución. En un periodo de 4 horas y media, se efectúa la adición gota a gota de n-propanol (2 litros, 26,7 moles). La temperatura de reacción se mantiene en 30 - 32°. La mezcla se agita a 30° durante 18 horas y se filtra para separar la mayor parte del hidrocloruro de piridina precipitado. El filtrado se lava con 1 litro de solución acuosa de 150 gramos de NaHCO₃, 40 g de NaOH. Se añade cloruro sódico a la mezcla de lavado para facilitar la separación de las fases. La fase orgánica se seca con sulfato sódico anhidro, se filtra y se concentra in vacuo (85°, 0,3 torr).

15. Se obtienen 1.170 g de producto fluido. El análisis es el siguiente:

20. C	37,39	Indice de refracción a 25°	1,4730
H	6,92	Indice de acidez	10,9
N	9,57	Viscosidad (cs a 25°)	6400
25. P	20,99	Peso molecular	1110
Cl	1,99		

EJEMPLO 3

Muestras del producto preparado en el ejemplo 1, y designado como fluido (B), fueron evaluadas con respecto a su



422739

- retención y efecto ignífugo en rayón producido a partir de una viscosa acuosa formadora de filamentos que comprendía 8,6% en peso de celulosa, 6,2 % en peso de hidróxido sódico y, basado en el peso de la celulosa, 33 % de disulfuro de carbono, y teniendo una viscosidad en hilatura de 6000 centipoises a 18°C. El compuesto ignífugo fosforado fué inyectado en la corriente de viscosa, en la proporción deseada con respecto al peso de la celulosa en la viscosa, y la mezcla de viscosa resultante se pasó a través de un mezclador de elevado esfuerzo cortante. Esto produjo una viscosa que tenía, dispersado en la misma, el ignífugo en forma de finas partículas líquidas de un tamaño de 1 a 10 micras.

- La viscosa fué hilada en un baño de hilatura ácido acuoso convencional, comprendiendo 7,5 % en peso de ácido sulfúrico, 3,7 % en peso de sulfato de zinc y 11 % en peso de sulfato sódico, a una temperatura del baño de 35°C. Durante la hilatura, el haz fué estirado en húmedo a un 129 % aproximadamente de su longitud original. Se produjeron hilos que tenían un denier de 1,5 por filamento, cortándose el haz en longitudes cortas de 38,1 mm y procesándose mediante su paso a través de una serie de baños que incluían lavado con agua, desulfuración, blanqueo, blanqueo ácido, anticloro y acabado suavizante. Las longitudes cortas fueron convertidas en hilos hilados, que se secaron a continuación, transfirieron a envases y por último se tejieron por punto para formar géneros de punto circular con un peso aproximado de 155,75 - 186,90 g/m. Los hilos de celulosa regenerada, preparados de este modo, estaban constituidos de filamentos individuales que tenían partículas líquidas de ignífugo, finas, bloqueadas en la matriz de celulosa.



5. Los materiales de rayón fueron tejidos a géneros que se ensayaron con respecto a su ignifugacidad y retención de los fosfagenos. Los datos de ignifugacidad y retención aparecen a continuación en la Tabla I, la cual incluye el análisis de la fibra después de la hilatura, y el análisis del género después de 50 lavados. Los valores de retención en porcentaje están basados en el peso de celulosa solamente, en todos los casos. Los valores de retención son computados analizando el porcentaje de fósforo presente en la fibra o género y calculando el porcentaje de ignífugo y el porcentaje de retención, con respecto al mismo, sobre la base de la cantidad de celulosa originalmente presente en la solución de viscosa.

10. El ensayo de la tira vertical AATCC34-1960, con respecto a la inflamabilidad, se efectúa soportando una muestra de género de 7,62 x 25,4 cm en un bastidor en forma de U, que expone 5,08 x 25,4 cm de género. La muestra y el bastidor están soportados verticalmente en una cámara libre de corrientes de aire, apuntando hacia abajo el extremo abierto del bastidor de género. La ignición del género se efectúa con un quemador Tirrell a base de butano. Se alinea una gama de 38,1 mm de longitud a la base del género, de modo que 19 mm de la llama incida en el género. El tiempo de contacto de la llama es de 3 segundos. Se obtienen datos para mostrar la longitud de la parte chamuscada y el tiempo de producción de ascuas.

15. Una longitud de chamuscado superior a 17,78 cm en el ensayo de 3 segundos, se considera un fallo. Todos los géneros del ensayo son secados en horno durante 3 horas a 105°C y enfriados en un desecador antes de su empleo.



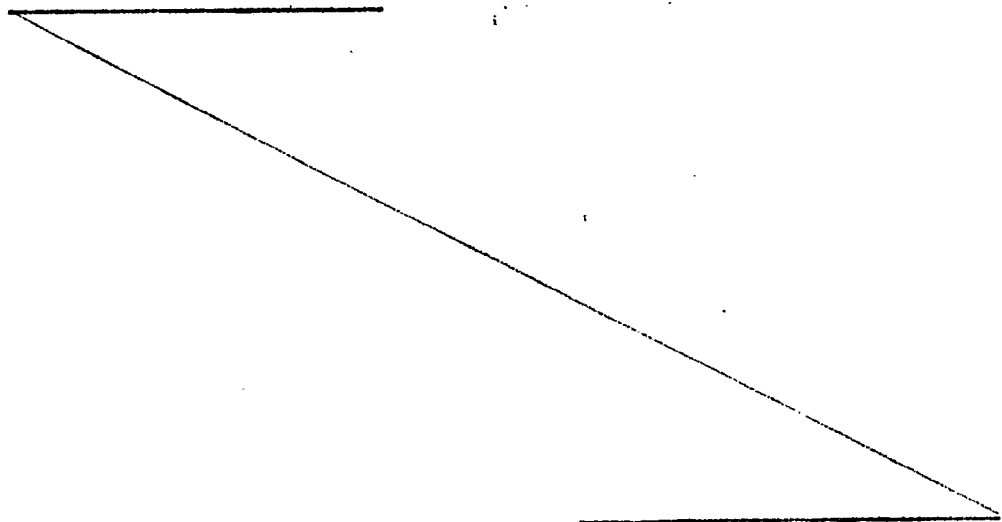
Ejemplo Comparativo A

5. Con fines comparativos, los géneros descritos en el ejemplo 3, fueron tratados con el ignífugo descrito en el ejemplo de la Patente USA No. 3.445.713, que consistía en una mezcla líquida de polímeros di-n-propilfosfonitrílicos incluyendo aproximadamente 65 % de trimero, 5 % de tetrámero, entre 15 y 20 % o más de polímeros cíclicos y menos de 5 % de polímeros lineales. En la siguiente Tabla I, se resumen también los datos del ensayo de la llama vertical y de retención.

10. Dichos datos demuestran claramente que los productos de esta invención exhiben una superior ignifugacidad para niveles de aditivo sustancialmente inferiores y, lo que es más importante, la ignifugacidad permanece activa después de 50 lavados, mientras que en el ejemplo comparativo, el ensayo de la llama vertical fracasa después de 50 lavados, incluso cuando en el género se han incorporado cantidades relativamente superiores de producto ignífugo.

15. Los productos del ejemplo 2 y el fluido (C) del ejemplo 1, exhiben también excelentes propiedades de retención e ignifugacidad, cuando se utilizan con celulosa regenerada.

20.



422739

- 15 -

T A B L A I

Muestra de sé- nero No.	Igrifugo	% de igni- fugo en viscosa (basado en celulosa)	Análisis de la fibra después de la hilatura		Análisis del género después de 50 lava- dos		% de reten- ción meta después de la hilatura y de 50 la- vados	Ensayo de la llama vertical - 3 segundos					
			% de P en la fibra	% de ig- nifugo basado en celu- losa	% de re- ten- ción basado en celu- losa	% de re- tención basado en celu- losa		INICIAL	DESIJUES LAVADOS	DE 50	INICIAL	DESIJUES LAVADOS	DE 50
								Longitud de cha- muscado (mm)	Tiempo de cha- muscado (seg.)	Longitud de cha- muscado (mm)	Tiempo de ascuas (seg)	Longitud de cha- muscado (mm)	Tiempo de ascuas (seg)
1	Ejemplo I fluído (B)	23,9 %	3,06	17,9	74,9	85	69,3	45,72	0	38,10	0	38,10	0
2	"	30,7 %	3,88	23,9	77,9	50	68,6	66,04	0	30,48	0	30,48	5
3	"	36,5 %	4,70	30,5	83,6	07	69,4	38,10	0	40,64	0	40,64	0
5	Ejemplo compara- tivo A	45,0 %	4,78	34,2	75,8	57	52,1	51,56	0	254	0	254	14

422739



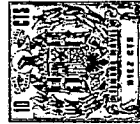
422739

- 15 -

T A B L A I

Muestra de género No.	Ignifugo	% de ignifugo en viscosa (basado en celulosa)	Análisis de la fibra después de la hilatura			Análisis después de dos	
			% de P en la fibra	% de ignifugo basado en celulosa	% de retención basado en celulosa	de P en el género	% t b e s
1	Ejemplo I fluido (B)	23,9 %	3,06	17,9	74,9	,85	
2	"	30,7 %	3,88	23,9	77,9	,50	
3	"	36,5 %	4,70	30,5	83,6	,07	
5	Ejemplo comparativo A	45,0 %	4,78	34,2	75,8	,57	

422739



	Análisis del género después de 50 lavados		% de retención meta después de la hilatura y de 50 lavados	Ensayo de la llama vertical - 3 segundos			
	de P n el género	% de re- tención basado en celulo- sa		INICIAL		DESPUES LAVADOS	DE 50
				Longitud de cha- muscado (mm)	Tiempo de ascuas (seg.)	Longitud de cha- muscado (mm)	Tiempo de ascuas (seg)
	,85	92,5	69,3	45,72	0	38,10	0
	,50	88,1	68,6	66,04	0	30,48	5
	,07	83,0	69,4	38,10	0	40,64	0
	,57	68,6	52,1	51,56	0	254	14



EJEMPLO 4

Se agitan 100 partes en peso del éster parcial designado como fluido (A) del ejemplo 1, con 50 partes en peso de α -picolina, a 100°, durante un periodo de 5 horas, obteniéndose un producto viscoso que tiene excelentes propiedades ignífugas.

5.

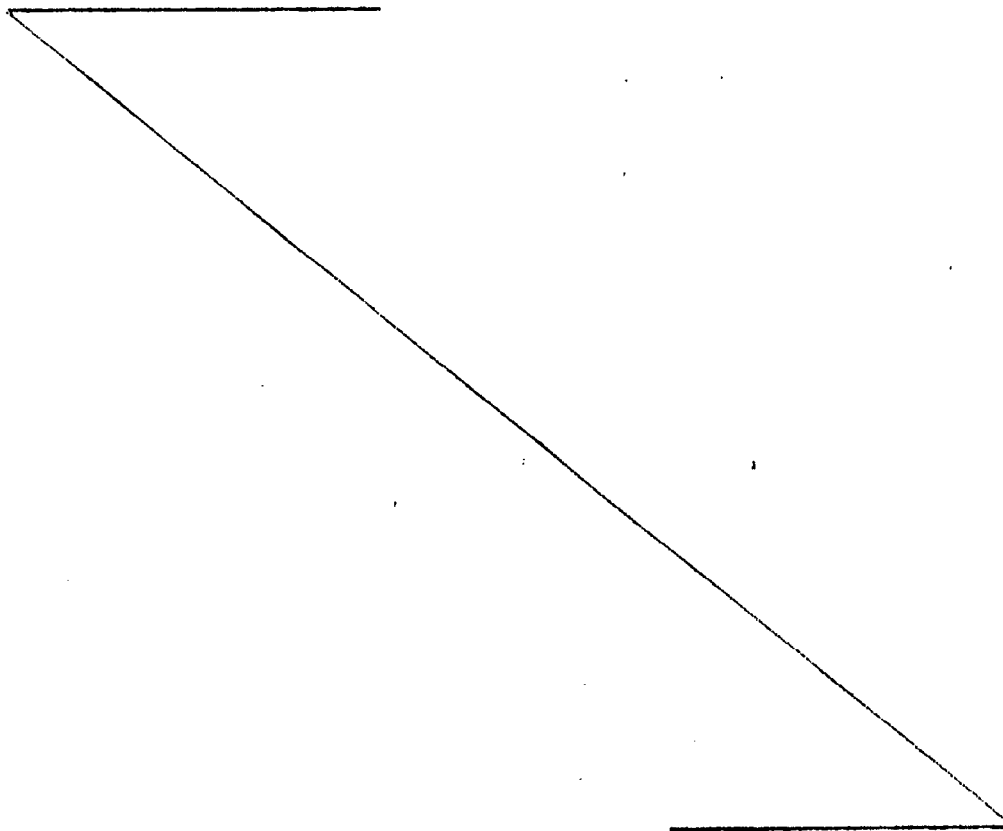
EJEMPLO 5

Se repite el ejemplo 4, excepto que se utilizan 75 partes en peso de trietilendiamina, obteniéndose un producto que posee excelentes propiedades ignífugas.

10.

EJEMPLO 6

Se repite de nuevo el ejemplo 4, excepto que se utilizan 60 partes en peso de quinolina, obteniéndose un producto con excelentes propiedades ignífugas.





NOTA

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con el nº 327.301 de 29 de enero de 1.973; acogándose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE FOSFAZENOS POLIMERICOS CONDENSADOS; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
15. 1.- Procedimiento para la producción de fosfazenos poliméricos condensados, caracterizado porque comprende tratar (a) un cloruro fosfonitrílico parcialmente esterificado con un alcóxido metálico o con un alcohol, teniendo dicho alcóxido o alcohol de 1 a 12 átomos de carbono, a una temperatura de por lo menos 20°C, con (b) una amina terciaria seleccionada del grupo consistente en aminas aromáticas heterocíclicas mononucleares y polinucleares, aminas alifáticas de fórmula $R_1R_2R_3N$ en donde R_1 , R_2 y R_3 representan grupos alquilo o alquenilo, iguales o diferentes, con 1 a 10 átomos de carbono, aminas aromáticas y aralquilaminas de fórmula $R_4R_5R_6N$ en donde R_6 es arilo y R_4 y R_5 representan grupos alquilo y alquenilo, iguales o diferentes, con 1 a 10 átomos de carbono, estando libre dicha amina terciaria de átomos de hidrógeno activos.
- 20.
- 25.
30. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-

MG

terizado porque dicho éster parcial contiene de 1 a 15 % en peso de cloro sin reaccionar, basado en el peso del éster parcial.

5. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho éster parcial es un éster propílico.

10. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha amina terciaria se elige del grupo consistente en piridina y piridinas sustituidas una, dos o tres veces con grupos alquilo inferior, teniendo dicho grupo alquilo de 1 a 6 átomos de carbono.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se emplea por lo menos 25 % en peso de dicha amina terciaria, basado en el peso del citado éster parcial.

15. 6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el tratamiento con dicha amina terciaria se efectúa a una temperatura de 50 a 150°C.

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho éster parcial se forma añadiendo un alcóxido metálico a dicho cloruro fosfonitrílico.

20. 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el éster parcial se prepara in situ haciendo reaccionar cloruro fosfonitrílico con el alcohol de 1 a 12 átomos de carbono, en presencia de la amina terciaria.

25. 9.- Procedimiento para la producción de fosfazenos poliméricos condensados, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 18 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 25 MAR. 1974

FMC CORPORATION,
L. GÓMEZ ACEBO Y MGBET
R. P. Firmado: L. Gómez Fernández

30.