

427504

CASE 1-8898/+

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

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

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es un procedimiento para la ignifugación de material de fibra orgánico por el método de transferencia térmica seca, caracterizado por aplicarse a un soporte inerte una preparación que contiene a lo menos:

5. a) un compuesto de halógeno de la fórmula



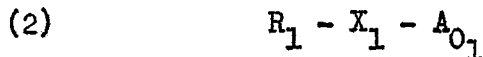
donde

10.  $R_0$  significa halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono;  
X significa -CO-NY-, -COO-, -OCO- o -O-;  
Y significa hidrógeno o hidroxialquilo de 1 a 4 átomos de carbono;

5.  $A_0$  significa halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono,  $-NH_2$ , alquileneno-COOH de 3 ó 4 átomos de carbono o -alquilen-O-halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono tanto en el radical alquilénico como en el halogenalquílico;
10. y siempre que X signifique  $-CO-NY-$  e Y signifique hidrógeno,  $A_0$  puede ser igualmente hidrógeno, mientras que siempre que X signifique  $-O-$ ,  $R_0$  y  $A_0$  pueden igualmente ser halogenalquilo o halogenalqueno de 3 a 6 átomos de carbono;
- b) eventualmente, un aglomerante estable por debajo de 250° C y
- c) eventualmente, un disolvente,
15. y eventualmente secarse, ponerse luego en contacto el soporte con la superficie del material de fibra que se ha de ignifugar, someterse el soporte y el material que se ha de mejorar, eventualmente con empleo de presión mecánica, a un tratamiento térmico de 80° C a lo menos,
20. hasta que el compuesto de halógeno haya pasado al material de fibra, y luego separarse del soporte el material mejorado.

Para este procedimiento tienen interés especial los compuestos de halógeno de la fórmula

25.



donde

$R_1$  significa halogenalquilo de 2 ó 3 átomos de carbono y 1 a 3 átomos de halógeno;

$X_1$  significa  $-\text{CO}-\text{NY}_1-$ ,  $-\text{OCO}-$  o  $-\text{O}-$ ;  
 $Y_1$  significa hidrógeno o metilol;  
 $A_{O_1}$  significa n-2,3-dibromopropilo,  $-\text{NH}_2$ ,  
-CH=CH-COOH o alquilen-O-halogenalquilo con  
2 ó 3 átomos de carbono tanto en el radical  
alquilénico como en el halogenalquílico y  
1 a 3 átomos de halógeno;

5.

y siempre que  $X_1$  signifique  $-\text{CO}-\text{NY}_1-$  e  $Y_1$   
signifique hidrógeno,  $A_{O_1}$  puede ser igualmente  
hidrógeno.

10.

En el caso del compuesto de halógeno según  
a), se trata preferentemente de los que corresponden a  
la fórmula



15.

donde

R significa halogenalquilo de 1 a 4 átomos de  
carbono;

X significa  $-\text{CO}-\text{NY}-$ ,  $-\text{COO}-$ ,  $-\text{OCO}-$  o  $-\text{O}-$ ;

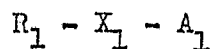
20.

Y significa hidrógeno o hidroxialquilo de 1 a 4  
átomos de carbono; y

A significa halogenalquilo de 1 a 4 átomos de  
carbono,  $-\text{NH}_2$ , alquenileno-COOH con 3 ó 4  
átomos de carbono o alquilen-O-halogenalquilo  
con 1 a 4 átomos de carbono tanto en el radical  
alquilénico como en el halogenalquílico,

25.

y particularmente de los que corresponden a la fórmula

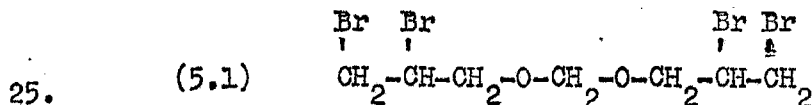


donde

- 5.  $R_1$  significa halogenalquilo de 2 ó 3 átomos de carbono y 1 a 3 átomos de halógeno;
- $X_1$  significa  $-CO-NY_1-$ ,  $-OCO-$  o  $-O-$ ;
- $Y_1$  significa hidrógeno o metilol;
- y
- 10.  $A_1$  significa n-2,3-dibromopropilo,  $-NH_2$ ,  $-CH=CH-COOH$  o alquilen-o-halogenalquilo con 2 ó 3 átomos de carbono tanto en el radical alquilénico como en el halogenalquílico y 1 a 3 átomos de halógeno.

- Compuestos de halógeno ventajosos son también los compuestos de la fórmula (1) o (2) en que, siempre
- 15. que X o respectivamente  $X_1$  signifique  $-CO-NY-$  o respectivamente  $-CO-NY_1$  e Y o respectivamente  $Y_1$  signifique hidrógeno,  $A_0$  o respectivamente  $A_{01}$  puede ser igualmente hidrógeno; y los de la fórmula (1) en que, siempre que
  - 20. X signifique  $-O-$ ,  $R_0$  y  $A_0$  pueden ser igualmente halogen-alquilo o halogen-alqueno con 3 a 6 átomos de carbono.

Particularmente apropiado es el compuesto de la fórmula



Pueden además utilizarse los compuestos, por ejemplo, de las fórmulas siguientes:



- 3-bromo-n-propilo, 2,2,3-tribromo-n-propilo, 2-cloro-2,3-dibromo-n-propilo, etc., aunque se prefiere el clorometilo, sobre todo el 2-cloroetilo, el 1,2-dibromoetilo y en particular el 2,3-dibromo-n-propilo. En el caso del
5. hidroxialquilo (de la definición de Y y A<sub>0</sub>), se trata, por ejemplo, de 2-hidroxi-etilo o en particular de metilol. Por otra parte, A<sub>0</sub> se deriva de radicales de ácidos dicarboxílicos insaturados (como el ácido fumárico o el maleico). En el caso del alquilen-O-halogenalquilo se trata
10. preferentemente de metilen-O-halogen-n-propilo en el que "halogen" representa, entre otros, cloro o, en particular, bromo. Además, siempre que X signifique -O-, tanto R<sub>0</sub> como A<sub>0</sub> pueden representar halogenalqueno, de preferencia halogenalquilo con 6 (preferentemente 5) átomos de carbono y 2 átomos de halógeno (en particular, bromo).
- 15.

Las preparaciones utilizables según este procedimiento pueden contener, además del ignífugante de la fórmula (1) que pasa al material de fibra, también un aglomerante, a lo menos, estable por debajo de los

20. 250°, agua y/o un disolvente orgánico.

En calidad de aglomerantes son aptas las resinas sintéticas, semisintéticas y naturales, y más precisamente tanto los productos de policondensación como los de poliadición. En principio pueden emplearse

25. todos los aglomerantes usuales en la industria de los barnices y en la de las tintas de impresión. Los aglomerantes tienen la misión de retener los compuestos de bromo de la fórmula (1) en el lugar tratado del soporte. Sin embargo, no deben fundirse a la temperatura

- de transmisión, ni reaccionar consigo mismos (por ejemplo, no reticularse) y deben ceder el compuesto que se ha de transmitir o transferir. Se prefieren los aglomerantes que se secan rápidamente (por ejemplo, en una corriente de aire caliente) y forman sobre el soporte una película fina, a ser posible no pegajosa. A título de aglomerantes solubles en agua que son apropiados cabe citar, por ejemplo: los alginatos, el tragacanto, la carubina (hochá de harina de pepitas de algarroba),
5. la dextrina, los mucílagos eterificados o esterificados,
10. la carboximetilcelulosa o la poliacrilamida; y a título de aglomerantes solubles en los disolventes orgánicos: los ésteres de celulosa (como la nitrocelulosa o el acetato de celulosa) y en particular los éteres de
15. celulosa (como la metil-, etil-, propil-, isopropil-, bencil- o hidroxietil-celulosa), así como sus mezclas. Se obtienen resultados especialmente buenos con la etilcelulosa.

- En calidad de disolventes orgánicos pueden
20. entrar en cuenta los disolventes orgánicos o mezclas de éstos, tanto miscibles con el agua como no miscibles con ella, que tienen a la presión normal punto de ebullición inferior a 150° C, y preferentemente inferior a 120° C. Se emplean con ventaja los hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos, como el tolueno, el ciclohexano y el éter de petróleo; los alcoholes inferiores, como el metanol, el etanol, el propanol, el isopropanol, etc.; los ésteres de ácidos monocarboxílicos alifáticos, como el éster etílico o propílico de
- 25.

- ácido acético; las cetonas alifáticas, como la metil-etilcetona; y los hidrocarburos alifáticos halogenados, como el percloroetileno, el tricloroetileno, el 1,1,1-tricloroetano o el 1,1,2-tricloro-2,2,1-trifluoroetileno. Disolventes de especial preferencia son los ésteres alifáticos inferiores, las cetonas o los alcoholes, como el acetato de butilo, la acetona, la metiletilcetona, el isopropanol, el butanol o, sobre todo, el etanol, lo mismo que sus mezclas (por ejemplo, una mezcla de metiletilcetona y etanol en la proporción de 1:1). La viscosidad deseada para las pastas de impresión puede ajustarse luego por adición de los aglomerantes ya citados con un disolvente apropiado.
- 5.
- 10.

- La proporción ponderal de los diversos componentes en la preparación puede ser muy distinta; por ejemplo, para los compuestos de la fórmula (1) se halla dentro de 20 a 100 % en peso, y para el aglomerante, dentro de 0 a 30 % en peso, para el agua o el disolvente orgánico o la mezcla de disolventes, dentro de 0 a 70 % en peso, respecto al peso total de la preparación. Al soporte auxiliar pueden aplicarse, por ejemplo, de 10 a 100 g (preferentemente, de 20 a 50 g), por m<sup>2</sup> de soporte, del compuesto que se ha de transferir al material de fibra.
- 15.
- 20.

- Las preparaciones empleadas según este invento se preparan disolviendo o dispersando finamente en agua y/o disolvente orgánico el compuesto de bromo de la fórmula (1), con ventaja en presencia de un aglomerante estable por debajo de los 250° C.
- 25.

Es también posible aplicar al soporte los compuestos de la fórmula (1) directamente como tales, es decir, sin disolvente ni aglomerante, por ejemplo mediante esparcimiento, extensión con rasqueta, colada, rociadura o chapoteo.

5.

El procedimiento de este invento se lleva a cabo convenientemente aplicando la preparación a un soporte auxiliar inerte, poniendo en contacto la cara tratada del soporte con el material de fibra que se ha de tratar, sometiendo el soporte y el material de fibra a una acción térmica de 80° C a lo menos (de preferencia, 130° C) y separando del soporte el material de fibra.

10.

El soporte auxiliar necesario para este procedimiento puede ser sin fin o acomodado a las formas de género textil que se han de tratar, es decir, estar cortado en trozos más cortos o más largos. Por lo general no presenta ninguna afinidad para la preparación utilizada. Es conveniente que sea una cinta, una tira o una hoja flexible, resistente al calor, de preferencia estable en volumen y de preferencia también con superficie lisa, y puede estar constituido por materiales de la más diversa índole: por ejemplo, metal (como una hoja de aluminio o de acero), plástico, papel o estructuras textiles planas, como tejidos, géneros de punto o vellones, que eventualmente pueden estar recubiertos de una película de resina vinílica, etilcelulosa, resina poliuretánica o politetrafluoroetileno. Se emplean de conveniencia géneros de punto de poliéster o de poliamida, un vellón de aguja a base de fibras de politetrafluoroetileno,

15.

20.

25.

láminas flexibles de aluminio, tejidos de fibra de vidrio o, sobre todo, papel.

5. Después de aplicadas las preparaciones al soporte, se seca éste, por ejemplo mediante una corriente de aire caliente o mediante rayos infrarrojos, eventualmente con recuperación del disolvente empleado.

10. Luego se pone la cara tratada del soporte en estrecho contacto con la superficie que se ha de tratar del material de fibra y se someten ambos materiales a un tratamiento térmico de 80° C a lo menos, y preferentemente de 150 a 220° C (en particular, de 150 a 200° C).

15. Estas temperaturas se mantienen por tiempo suficiente (de preferencia, 5 a 120 segundos) para que el compuesto de la fórmula (1) pase al material de fibra en tratamiento.

20. Las variaciones en la temperatura y el tiempo pueden, con las mismas circunstancias en los agentes químicos, inducir variaciones correspondientes en la depositación. Es pues posible regular, valiéndose de la temperatura y el tiempo de transferencia, la transmisión de los agentes químicos al material de fibra y por lo tanto la depositación.

25. La acción térmica puede efectuarse de diversas maneras conocidas; por ejemplo, mediante una placa calefactora o por paso por una zona caldeada en forma de túnel, por un tambor calefactor caliente (con ventaja en presencia de un rodillo antagonista, caldeado o sin caldear, que ejerza presión) o por una calandria caliente,

o también valiéndose de una placa caldada (plancha de ropa o prensa caliente), eventualmente en vacío, que se ha calentado previamente a la temperatura necesaria o que se halla en una cámara calofactora previamente caldada.

5. Terminado el tratamiento térmico, se separa del soporte el género textil.

- Se ignifugan con preferencia, además de las fibras naturales (como la celulosa), sobre todo materiales de fibra sintéticos (como, por ejemplo, fibras de ésteres de celulosa, fibras de 2 1/2-acetato de celulosa y fibras de triacetato de celulosa), fibras de poliamida sintética, como las de poli-caprolactama (Nylon 6), de ácido poli-aminoundecánico (Nylon 7) o, en particular, de adipato de polihexametilendiamina (Nylon 6,6), fibras poliuretánicas o poliolefínicas (por ejemplo, de polipropileno), poliamidas modificadas con ácido, como los productos de policondensación a base de ácido 4,4'-diamino-2,2'-difenildisulfónico o respectivamente ácidos 4,4'-diamino-2,2'-difenilalcanodisulfónicos con materias primas formadoras de poliamida, los productos de policondensación a base de ácidos monoaminocarboxílicos o respectivamente sus derivados amidógenos o ácidos carboxílicos dibásicos y diaminas con ácidos dicarboxisulfónicos aromáticos (por ejemplo, productos de policondensación a base de épsilon-caprolactama o adipato de hexametildiamonio con 3,5-dicarboxibencensulfonato potásico) o fibras de poliéster modificadas con ácido, como los productos de policondensación de ácidos policarboxílicos aromáticos (por ejemplo, ácido tereftálico o isoftálico), alcoholes polivalentes (por ejemplo,

etilenglicol) y 1,2- o respectivamente 1,3-dihidroxi-  
-3-(3-sodiosulfopropoxi)-propano, 2,3-dimetilol-1-(3-  
-sodiosulfopropoxi)-butano, 2,2-bis-(3-sodiosulfopropoxi-  
fenil)-propano o ácido 3,5-dicarboxibencensulfónico y  
5. respectivamente ácido tereftálico sulfonado, ácido  
4-metoxibencencarboxílico sulfonado o ácido difenil-4,4'-  
-dicarboxílico sulfonado.

Pero preferentemente se trata de material de  
fibra a base de poliacrilonitrilo o polímeros mixtos  
10. de acrilonitrilo, y sobre todo de fibras de poliésteros  
lineales, en especial de tereftalato de polietilenglicol  
o tereftalato de poli-(1,4-ciclohexandimetilol). En el  
caso de que se trate de polímeros mixtos de acrilonitrilo,  
la proporción de acrilonitrilo conveniente es de 50 %  
15. a lo menos y preferentemente de 85 % en peso del polí-  
mero mixto, a lo menos. En calidad de comonomeros se  
emplean normalmente otros compuestos de vinilo (por  
ejemplo. cloruro de vinilideno, cianuro de vinilideno,  
cloruro de vinilo, metacrilatos, metilvinilpiridina,  
20. N-vinilpirrolidona, acetato de vinilo o alcohol viní-  
lico), acrilamida o ácidos estirensulfónicos.

Estos materiales de fibra pueden emplearse  
también como tejidos mixtos de mezcla entre sí o con  
otras fibras; por ejemplo, mezclas de poliacrilonitri-  
lo/poliéster, de poliamida/poliéster, de poliéster/vis-  
25. cosa y de poliéster/lana.

El material de fibra puede hallarse en los  
más diversos estadios de elaboración; por ejemplo, en  
forma de copos, peinado, hilo, filamentos texturizados,

tejidos, géneros de punto, vellones de fibra o revestimientos textiles para el suelo, como alfombras de fieltro de aguja, alfombras de pelo o manípulos de hilo.

5. Las preparaciones utilizables de acuerdo con este invento se aplican al soporte auxiliar, por ejemplo, mediante rociadura de toda la superficie o parte de ella, revestimiento o impresión.

10. Los soportes auxiliares pueden también tratarse por ambas caras o eventualmente por el dorso, y para los dos lados pueden elegirse concentraciones diferentes del recubrimiento.

En los ejemplos que siguen, los porcentajes son porcentajes en peso.

Ejemplo 1

15. Se aplica, mediante rasqueta o rocío, el compuesto de la fórmula (5.1) a un tejido de fibra de vidrio (depósito: 30 g/m<sup>2</sup>). Se junta el tejido de fibra de vidrio por la cara de la capa con un género de punto de poliamida. Luego se someten el soporte y el tejido a un tratamiento térmico de 195° C durante 30 segundos entre dos placas calientes. A continuación se retira del tejido de poliamida el tejido de fibra de vidrio, sin que se produzca trastorno por adherencia de la capa de producto químico al tejido de poliamida revestido.

25. Este tejido de poliamida resulta ignífugo según la norma DIN 539)6, al contrario que el tejido no tratado.

Ejemplo 2

5. A un género de punto de poliéster (240 g/m<sup>2</sup>) se aplica por fulardeo 25 % (respecto al peso del género) del compuesto de la fórmula (5.1) disuelto en etanol. El "soporte textil" así preparado se junta luego con la misma cantidad del mismo género de punto de poliéster, sin tratar, y se envuelve en una hoja de aluminio. A continuación se somete el género de punto envuelto a un tratamiento térmico de 195° C, durante 25 segundos.
10. Luego se separan ambas piezas.

Alrededor de un tercio del compuesto de la fórmula (5.1) queda transferido del material textil de soporte al material textil receptor.

15. Después de 40 lavados de uso, queda todavía en el género textil receptor 5 % del compuesto de la fórmula (5.1) y el género es ignífugo según la norma DIN 53906, al contrario que el género no tratado.

Ejemplo 3

20. Se disuelve el compuesto de la fórmula (5.1) en una mezcla 1:1 de etanol-metiletilcetona (solución al 70 %) y se aplica en el fular 20 % de la substancia activa a un género de punto de poliamida (de 180 g/m<sup>2</sup>).

25. El "soporte textil" así preparado se junta luego con la misma cantidad del mismo género de punto de poliamida, sin tratar, se envuelve en una hoja de aluminio y se somete durante 25 segundos a un tratamiento térmico de 195° C. A continuación se separan los dos géneros de punto.

Alrededor de un tercio del compuesto de la fórmula (5.1) queda transferido del tejido de soporte al tejido receptor.

5. Al contrario que el tejido no tratado, el tejido aprestado de este modo resulta ignífugo según DIN 53906 aún después de 5 lavados de uso.

#### Ejemplo 4

10. Se forma una pasta con 750 g del producto de la fórmula (5.1) o respectivamente (5.4) en 100 g de etilcelulosa y 350 g de una mezcla 1:1 de etanol y metiltilcetona y se aplica a papel 24 y respectivamente 48 g de la pasta por m<sup>2</sup>.

15. Se pone el soporte en contacto por la cara de la capa con un género de punto de poliéster (de 240 g/m<sup>2</sup>) y se somete el conjunto a un tratamiento térmico de 195° C durante 25 segundos entre dos placas calefactoras. Luego se separan el soporte y el género de punto.

20. A continuación se ensayan ambas piezas de género de punto según la DOC FF 3-71 ("Children's Sleepwear Test") para comprobar la ignifugación, tanto después del apresto como después de 1, 5, 10, 20 y 40 lavados de uso a 40° C en un baño con 4 g/litro de un detergente comercial para ropa fina.

25. Los resultados están compendiosos en la tabla que sigue.
-

5.	Depósito, g/m <sup>2</sup>	Ensayo					
		des- pués del apre- sento	des- pués de 1 lava- do	des- pués de 5 lava- dos	des- pués de 10 lava- dos	des- pués de 20 lava- dos	des- pués de 40 lavados
		EL BZ	EL BZ	EL BZ	EL BZ	EL BZ	EL BZ
10.	sin tra- tamien- to	12 22	4 9	10 25	4 19	arde 28	6 15
	tratado con com- puesto de la fórmula (5.1)	24	5 1	4 1	6 2	5 7	5 1
	(5.1)	48	5 2	4 1	4 3	6 5	5 1
15.	(5.4)	24	8 5 2	4 1	4 5 4	5 2	6 1
	(5.4)	48	5 1	4 1	4 1	4 2	5 1

EL: longitud de dosgarro en cm

BZ: tiempo de combustión en segundos

20. En lugar del compuesto de la fórmula (5.1) o (5.4) puede emplearse también con resultado igualmente bueno un compuesto de las fórmulas (5.2), (5.3), (5.5), (5.6) y (5.7).

La DOC FF 3-71 ("Children's Sleepwear Test") es una prueba de ignifugación que consiste en lo siguiente:

25. Se extienden en un bastidor de ensayo 5 piezas cada vez (8,9 cm x 25,4 cm) del tejido y durante 30 minutos se las seca a 105° C en una cámara secadora con circulación de aire. A continuación se acondicionan las piezas de tejido en un recipiente cerrado, bajo gel de sílice, durante 30 minutos, y luego se

las somete en una caja de combustión al ensayo de ignifugación propiamente dicho. Los tejidos se encienden cada vez durante 3 segundos en posición vertical, con una llama de gas metano.

5. La prueba se da por superada cuando la zona que en promedio se carboniza no es más larga de 17,5 cm, ninguna de las muestras presenta una zona carbonizada superior a 25,4 cm y los tiempos de post-combustión en cada caso no son mayores de 10 segundos."

10.

#### Ejemplo 5

Con 22,5 y respectivamente 45 g de un compuesto de la fórmula (5.1) más 3 g y respectivamente 6 g de etilcelulosa y 10,5 g y respectivamente 21 g de una mezcla 1:1 de etanol-metiletilexona se elabora una pasta, la cual se aplica a un soporte de papel de 1 m<sup>2</sup> de superficie.

15.

Se junta luego este soporte con un tapiz de fibras de poliacrilonitrilo (peso del pelo: 1000 g/m<sup>2</sup>; altura del pelo: 6 mm) con la cara de la capa vuelta hacia el tapiz y se calienta el conjunto entre dos placas calefactoras, sin empleo de presión, a 190° C y durante 40 segundos. A continuación se separan el soporte y el tapiz.

20.

25.

Las muestras del tapiz se ensayan luego según la norma DIN 51960, o sea después del apresto, tras uno y tres lavados con champú. Al contrario de una muestra no tratada, las muestras tratadas son difíciles de encender. Los resultados están compendiados en la tabla que sigue.

Lavado con champú

5. Se mezcla con agua, en la relación de 8:1, un champú de los corrientes en el comercio y se le hace espumar por medio de una esponja. Luego se aplica la espuma al tapiz y por medio de la esponja se la hace penetrar bien en el pelo. Después de secar a la temperatura del ambiente, se eliminan a fondo, por succión, los restos del champú.

10.	Depósito g/m <sup>2</sup>	Ensayo					
		después del apresto		después de 1 lavado con champú		después de 3 la- vados con champú	
		BL	BZ	BL	BZ	BL	BZ
15.	sin trata- miento	arde	7'	arde	6'45"	arde	12'15"
	tratado con el compues- to de la fórmula (5.1)	22,5	5,5 5:05	7	5:25	7	4:05
20.	(5.1)	45	8 5:50	6	4:50	6	3:40

BL: extensión ardida, en cm

BZ: duración de la combustión, en min + seg.

Ejemplo 6

25. Con 750 g del compuesto de la fórmula (5.7) en 100 g de etilcelulosa y 350 g de una mezcla 1:1 de etanol y metiltilcetona se elabora una pasta, la cual se aplica a una hoja de aluminio con uniformidad y de modo que se forme un depósito de 36 g/m<sup>2</sup> del compuesto de la fórmula (5.7).

5. Se pone la hoja de aluminio en contacto por la cara de la capa con un género de punto de fibras de poliamida 6,6 y durante 30 segundos se somete el conjunto a un tratamiento térmico de 195° C entre dos placas calofactoras. Luego se separan la hoja de aluminio y el género de poliamida.

10. Al investigar la incombustibilidad del género de poliamida así tratado, ensayándolo según DOC FF 3-71 y en comparación con género de punto no tratado, se obtienen los resultados siguientes:

	<u>Tiempo de combustión, en seg.</u>	<u>Longitud de desgarro, en cm.</u>
género de punto tratado	4	5,5
15. género de punto no tratado	30	arde por completo

#### Ejemplo 7

20. Encima de un cilindro de acero se chapotea uniformemente un vellón de aguja de fibras de politetrafluoroetileno con una pasta a base de 1 parte del compuesto de la fórmula (5.8) y 1 parte de agua, procediendo de modo que se origine un depósito de 90 g/m<sup>2</sup> del compuesto de la fórmula (5.8).

25. La cara revestida del vellón de aguja de fibras de politetrafluoroetileno se pone en contacto con la cara del polo de un tapiz tufting de fibras de poliacrilonitrilo (600 g/m<sup>2</sup>) y durante 1 minuto se somete el conjunto, sobre una placa calefactora, a una acción térmica de 160° C por la cara no revestida del vellón de aguja de fibras de politetrafluoroetileno. Luego se separan el vellón de aguja y el tapiz.

Al investigar según la norma DIN 51 960 la incombustibilidad del tapiz de poliacrilonitrilo así tratado, comparándolo con un tapiz no tratado, se obtienen los resultados siguientes:

5.	Tiempo de combustión, en seg	Longitud de desgarro, en cm
tapiz tratado	0	4,5
tapiz no tratado	8	arde por completo

10.

### REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas nº 9187/73 del 22 de Junio de 1973 y nº 26 de Julio de 1973.

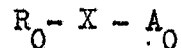
15.

1.- Procedimiento para la ignifugación de material de fibra orgánico, por el método de transferencia

térmica en seco, caracterizado por aplicarse a un soporte inerte una composición que contiene a lo menos:

20.

a) un compuesto de halógeno de la fórmula



donde

25.

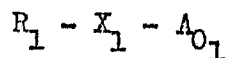
$R_0$  significa halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono;

X significa -CO-NY-, -COO-, -OCO o -O-;

Y significa hidrógeno o hidroxialquilo de 1 a 4 átomos de carbono;

- $A_0$  significa halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono,  $-NH_2$ , alquilenilo-COOH de 3 ó 4 átomos de carbono o -alquilon-O-halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono tanto en el radical alquilénico como en el halogenalquílico;
5. y siempre que X signifique -CO-NY- e Y signifique hidrógeno,  $A_0$  puede ser igualmente hidrógeno, mientras que siempre que X signifique -O-,  $R_0$  y  $A_0$  pueden igualmente ser
10. halogenalquilo o halogenalqueniilo de 3 a 6 átomos de carbono;
- b) eventualmente, un aglomerante estable por debajo de 250° C;
- y
- c) eventualmente, un disolvente,
15. y eventualmente secarse, ponerse luego en contacto el soporte con la superficie del material de fibra que se haya de ignifugar, someterse el soporte y el material que se haya de mejorar a un tratamiento térmico de 80° C a lo menos, eventualmente con empleo de presión
20. mecánica, hasta que el compuesto de halógeno esté transferido al material de fibra, y luego separarse del soporte el material mejorado.

25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por utilizarse como componente a) un compuesto de la fórmula



en la que

$R_1$  significa halogenalquilo de 2 ó 3 átomos de

carbono y 1 a 3 átomos de halógeno;

$X_1$  significa  $-\text{CO}-\text{NY}_1-$ ,  $-\text{OCO}-$  o  $-\text{O}-$ ;

$Y_1$  significa hidrógeno o metilol;

$A_{O_1}$  significa n-2,3-dibromopropilo,  $-\text{NH}_2$ ,

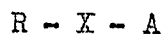
5.  $-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOH}$  o alquilen-O-halogenalquilo con 2 ó 3 átomos de carbono tanto en el radical alquilénico como en el halogenalquílico y 1 a 3 átomos de halógeno;

y siempre que  $X_1$  signifique  $-\text{CO}-\text{NY}_1-$  e  $Y_1$

10. signifique hidrógeno,  $A_{O_1}$  puede ser igualmente hidrógeno.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-  
terizado por utilizarse como componente a) un compuesto  
de la fórmula

15.



en la que

R significa halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono;

20. X significa  $-\text{CO}-\text{NY}-$ ,  $-\text{COO}-$ ,  $\text{OCO}-$  o  $-\text{O}-$ ;

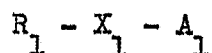
Y significa hidrógeno o hidroxialquilo de 1 a 4 átomos de carbono;

y

25. A significa halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono,  $-\text{NH}_2$ , alquenileno- $\text{COOH}$  de 3 ó 4 átomos de carbono o -alquilen-O-halogenalquilo de 1 a 4 átomos de carbono tanto en el radical alquilénico como en el halogenalquílico.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3,

caracterizado por utilizarse como componente a) un compuesto de la fórmula



5. en la que

$R_1$  significa halogenalquilo de 2 ó 3 átomos de carbono y 1 a 3 átomos de halógeno;

$X_1$  significa  $-CO-NY_1-$ ,  $-OCO-$  o  $-O-$ ;

$Y_1$  significa hidrógeno o metilo;

10.

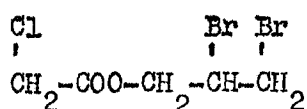
y

$A_1$  significa n-2,3-dibromopropilo,  $-NH_2$ ,  $-CH=CH-COOH$  o alquileno-O-halogenalquilo de 2 ó 3 átomos de carbono tanto en el radical alquilénico como en el halogenalquilo y 1 a 3 átomos de halógeno.

15.

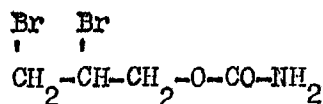
5.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por utilizarse como componente a) un compuesto de la fórmula

20.



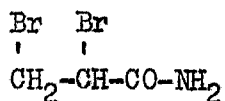
6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por emplearse como componente a) un compuesto de la fórmula

25.

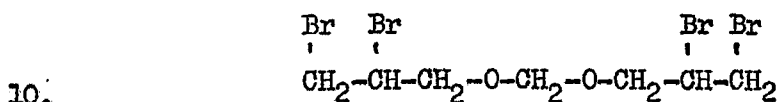


7.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por utilizarse como componente a) un

compuesto de la fórmula



5. 8.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por utilizarse como componente a) un compuesto de la fórmula



- 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por emplearse composiciones ignifugantes que, además del compuesto de halógeno, contienen a lo menos un aglomerante estable por debajo de los 250° C, agua y/o un disolvente orgánico.
- 15.

10.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por emplearse composiciones ignifugantes que contienen de 20 a 100 % en peso del componente a), de 0 a 30 % en peso del componente b) y de 0 a 70 % en peso del componente c).

20. 11.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por someterse preferentemente el soporte y el material de fibra que se haya de tratar a un tratamiento térmico de 150 a 220° C.

25. 12.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por emplearse, en calidad de material de fibra, fibras de poliamida, fibras de poliacrilonitrilo o fibras de poliésteres lineales.

13.-- Procedimiento para la ignifugación de material de fibra orgánico.

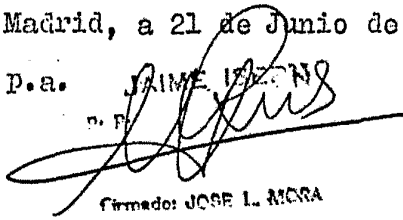
5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 25 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 21 de Junio de 1974

P.a.

JAIME IZAZO

D. F.



firmado: JOSE L. NICRA