

EX-GB-II  
US Serial No. 435.351  
Docket No. 73-43-SPA



25

F.C. 3-V. 76

431357

nº 431.357

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

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,  
sus territorios y plazas de soberanía, a  
favor de:

ROHM AND HAAS COMPANY

entidad norteamericana, domiciliada en  
Independence Mall West, Filadelfia,  
U.S.A., relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN  
TEXTIL RESISTENTE A LA LLAMA"

=====

Inventor: Melvin David Hurwitz

Prioridad: Solicitud de patente en U.S.A. nº  
435.351 de fecha 21 enero 1974.

43 4 7 5



25 OCT 1954

Int. Cl.: <u>D04H; D01F</u>
<u>MEMORIA DESCRIPTIVA</u>

5. Esta invención se refiere a la preparación de textiles resistentes a la llama y hace posible la producción de textiles resistentes a la llama a partir de fibras que forman llama. - - - - -

10. Las composiciones de poliéster, incluyendo las fibras formadas a partir de las mismas, tales como las obtenidas a partir de los productos de las patentes norteamericanas 2.465.319 y 3.047.539, forman fácilmente llama y tienen las desventajas de que tienden a gotear durante el quemado o en contacto con las llamas y de que es difícil impedir el goteo. Los aditivos comunes retardantes de la llama, tales como los compuestos de fósforo y los compuestos de antimonio, no parecen ser muy eficaces cuando se utilizan con poliésteres. Los poliésteres están también sometidos a una seria degradación en presencia de varios retardantes de llama utilizados convencionalmente, con pérdida de las propiedades físicas. - - - - -

20. Es conocido que pueden prepararse fibras y filamentos a prueba de llama a partir de varios materiales poliméricos que forman películas. De manera general, las fibras preparadas a partir de tales materiales son muy caras y no son adecuadas para muchos usos. Tales fibras se han mezcla-

- 43 1357



- do con filamentos o fibras que forman llama, para intentar obtener productos textiles menos caros que tengan la propiedad de no formar llama. Los productos obtenidos a partir de tal mezcla de fibras de poliéster tienen aún deficiencias que los hacen inadecuados para muchos usos si la proporción de contenido fibroso que no forma llama es bastante alta para que los productos se autoapaguen. Por ejemplo, las mezclas que no forman llama de una fibra constituida por un polímero que contiene halógeno con un tipo poliéster de fibra
5. contienen de manera general de unos 50 a unos 65% en peso del primero (a menos que la mezcla contenga también una gran cantidad de materiales inorgánicos no combustibles) y los productos textiles preparados de las mismas son frecuentemente deficientes por lo que se refiere a ciertas propiedades tales como el "tacto". Los aglomerantes, aglutinantes o aprestos poliméricos convencionales utilizados para aprestar las telas tejidas o para aglomerar o aglutinar las fibras en una hoja no tejida tienden frecuentemente a aumentar la formación de llama de los productos textiles. En la producción de masas fibrosas voluminizadas, especialmente rellenos fibrosos que se utilizan en indumentaria tales como para forros de trajes, prendas acolchadas tales como ciertas chaquetas, prendas aisladas tales como chaquetas de deporte, ropas de cama, tales como colchas, para acolchados de tapicería y rellenos de cojines, incluyendo acolchados
10. protectores en automóviles, tales como "forros para la cabeza" en el techo o en los tableros de instrumentos o los volantes, la proporción relativamente grande de polímero que contiene halógeno imparte una pérdida importante de elasti
- 15.
- 20.
- 25.



idad y origina una tendencia al aplastamiento, en servicio. - - - - -

- Según esta invención se provee un procedimiento para la preparación de un textil resistente a la llama, caracterizado porque comprende formar un material fibroso de poliéster, que comprende fibra de poliéster que forma llama y fibra que no forma llama, y tratarlo con polímero que no forma llama y que contiene hasta 10 partes en peso de sinérgico retardante de la llama por 100 partes en peso de fibra. Los productos preparados según la invención pueden utilizarse para preparar tela tejida u hojas no tejidas, guatas o afieltrados de fibras empleados en indumentaria como tela textil o como material de forro o acolchado o como material de relleno para tapicería. Al preparar un textil tejido, el polímero se utiliza como material de apresto en una cantidad de 5 a 20% en peso, basada en el peso de las fibras. Este apresto no facilita la combustión. Cuando se pretende obtener un material no tejido voluminado tal como para utilizar en un relleno de tapicería, relleno para cojines o un textil no tejido adecuado para el uso como tela, tal como cortinas, ropajes y similares o como lámina de un textil multicapa para el uso en prendas, como por ejemplo cuellos, puños o forros para trajes masculinos, se utiliza entonces como aglomerante de 5 a 50% en peso (basado en el peso de la fibra) de la composición polimérica. Este aglomerante, cuando se seca y cura, no facilita la combustión. - - - - -

43 1357



Las fibras de poliéster pueden obtenerse a partir de tereftalatos, tales como los preparados a partir de ácido tereftálico y etilenglicol, dimetiltereftalato y etilenglicol, dimetiltereftalato y 1,4-ciclohexanodimetanol y similares. Las marcas de varios productos preparados a partir de tereftalato incluyen Dacron, Terylene, Kodel, Diolen, Enkalene, Fortrel, Tergal, Terital, Terlenka y Trevira y estos productos son termoplásticos. El polímero que contiene halógeno puede ser por ejemplo homopolímeros y copolímeros de cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, fluoruro de vinilo, bromuro de vinilideno y tetrafluoroetileno. - - - - -

Las unidades que contienen halógeno del polímero contienen preferentemente cloro. - - - - -

Se ha hallado que empleando fibras que no forman llamas, en la cantidad de 5 a 35% (aunque de 5 a 50% puede impedir el goteo) que contienen preferentemente de unos 10 a unos 60% en peso de un halógeno, tal como cloro y bromo, que tienen una temperatura de contracción de por lo menos 250°F (aprox., 121°C) y preferentemente superior a 300°F (aprox., 149°C) en la mezcla con las fibras de poliéster junto con una composición polimérica de aprestado o aglomerado que contenga de unos 60 a unos 90% en peso de cloruro de vinilideno, se impide el goteo de la fibra fundida al exponer la masa de fibras a una llama franca. Pueden utilizarse en la mezcla de fibras los homopolímeros y copolímeros de cloruro de vinilo, bromuro de vinilo, cloruro de vinilideno o bromuro de vinilideno, así como las fibras modacrili

43 2757



25 OCT. 1957

cas que contengan cloruro de vinilo y las fibras modacrílicas que contengan cloruro de vinilideno, tales como las reveladas en la patente norteamericana 3.516.903. - - - - -

- La fibra de polímero que contiene cloro y que se
5. mezcla con el poliéster debe ser del tipo que no se arruga en una masa compleja ni se contrae longitudinalmente (medidos en la longitud de la fibra individual) más de unos 15% cuando se somete a las temperaturas de secado y curado empleadas en un producto de género tejido aprestado o en un
  10. producto no tejido de fibras aglomeradas. Estos productos se utilizan como telas textiles o como relleno de tapicería. Los polímeros preferidos incluyen cloruros de polivinilo sindiotácticos tales como el vendido bajo la marca Leavil; fibras de polímero de cloruro de vinilo que termofraguan
  15. por encima de 300°F (aprox., 149°C), por ejemplo un copolímero que contiene un 50% de cloruro de vinilo y un 50% de alcohol vinílico vendido bajo la marca Cordelan; fibras modacrílicas formadas a partir de copolímeros que contienen de un 35 a un 85% en peso de acrilonitrilo, de 15 a 65% de
  20. cloruro de vinilo o cloruro de vinilideno y hasta un 10% de otros comonómeros, tales como acetato de vinilo, 4-vinilpiridina, acrilato de metilo, acrilato de etilo y similares. Una fibra modacrílica preferida es Verel que contiene unos 50% de acrilonitrilo y unos 50% de cloruro de vinilo. La pa
  25. tente norteamericana 3.516.903 revela otras fibras modacrílicas que pueden utilizarse y dicha patente se cita aquí a título de referencia. - - - - -

431757



Si bien puede obtenerse una adecuada capacidad de no formación de llama por mezclado de una fibra de poliéster y que contiene halógeno en las proporciones especificadas anteriormente, es frecuentemente útil añadir uno o más retardantes de llama. Por la adición de tales retardantes, la relación entre las fibras de poliéster y las fibras que contienen halógeno puede aumentarse sin pérdida de la capacidad de no formación de llama, de modo que pueden lograrse variaciones adicionales de propiedades tales como durabilidad del lavado, durabilidad del limpiado en seco, elasticidad y color deseado. Los copolímeros de recubrimiento o de aglomeración empleados en esta invención son por sí mismos retardantes de llama. Cuando se emplea un retardante de llama adicional, tal como uno o más de los descritos posteriormente, se ha hallado que existe un efecto sinérgico en la capacidad de retardar la llama. Este efecto sinérgico no tiene lugar sólo con alguno de los retardantes de llama mencionados posteriormente sino con todos ellos. - - - - -

Los sinérgicos más importantes de los retardantes de llama contienen halógeno tales como bromo o cloro, y antimonio, fósforo o nitrógeno. Pueden utilizarse estos distintos sinérgicos y los óxidos de varios metales incluyendo los óxidos de antimonio, arsénico, aluminio, boro y zinc. El óxido de antimonio es especialmente útil para este fin. El aditivo retardante de llama puede también ser un compuesto orgánico halogenado, un compuesto que contenga boro, tal como borato de zinc y similares, una mezcla de un compuesto orgánico halogenado y un óxido de metal o un compuesto de

431357

2500



fósforo, tal como fosfato de zinc, una mezcla de un compues  
to halogenado con un compuesto de fósforo o compuestos que  
contengan enlaces fosforosos de nitrógeno o una mezcla de  
dos o más de los anteriores. - - - - -

- 5. La cantidad de retardante de llama variará natu-  
ralmente con la naturaleza de la mezcla de fibras y con la  
eficacia del aditivo. La cantidad de aditivo puede ser de  
hasta unas 10 partes en peso por 100 partes de fibra. Una  
cantidad preferida será del orden de unas 3 a unas 7 partes  
10. en peso de aditivo por 100 partes de fibra. - - - - -

Entre los compuestos útiles que contienen halóge-  
no y que pueden utilizarse como retardantes de llama se ha-  
llan los descritos en la patente norteamericana 3.671.487,  
columna 4, línea 6 a columna 5, línea 68 inclusive. - - - -

- 15. Puede obtenerse una capacidad adicional de no for-  
mación de llama entre las propiedades de los productos por  
introducción de plastificantes retardantes de llama, tales  
como ésteres de fosfato orgánico, ésteres de fosfonato y si-  
20. milares que incluyen tris-(2,3-dibromopropil)fosfato, tribu-  
tilfosfato, trifenilfosfato, tricresilfosfato y tris(cloro-  
etil)fosfato. Los plastificantes pueden emplearse en canti-  
dades de hasta un 10% en peso, basado en el peso de las fi-  
bras mezcladas. Los ejemplos de fosfonatos que pueden em-  
25. plearse aparecen en la solicitud norteamericana 139.949,  
presentada el 3 Mayo 1971, que se cita aquí a título de re-  
ferencia. - - - - -

431357



25 OCT

Los artículos fibrosos preferidos de la invención no requieren cantidades apreciables de cargas orgánicas para asegurar que el artículo sea autoapagable o que no tenga lugar el goteo del polímero fundido cuando los artículos se someten a calor extremo. - - - - -

5.

Las fibras pueden mezclarse por medio del equipo comunmente utilizado para este fin, tal como por medio de una abridora de aire, en la que se introducen pequeñas cargas de los diferentes tipos de fibras en las proporciones deseadas y se soplan dentro de una cámara con chorros de ai re. Pueden emplearse otros dispositivos para formar una cin ta o napa de fibras mezcladas incluyendo batanes, cardas, garnetts y máquinas Rando-Webber. Se dice que las fibras producidas por tal equipo están "distribuidas aleatoriamente" aunque pueden presentar alguna orientación, especialmen-  
 10. te en las napas cardadas. La longitud de las fibras o filamentos puede ser de unas 0,75" (aprox., 19 mm) a unas 4" (aprox., 100 mm). En indumentaria, la longitud preferida es de unas 1,5" a 2" (aprox., de 38 a 50 mm). En algunos casos,  
 15. tales como en la preparación de materiales de relleno para tapicería, la longitud de la fibra puede ser de unas 2" a unas 10" (aprox., de 50 a 250 mm) e incluso hasta de longitudes indefinidas (es decir, filamentos continuos). Prefe-  
 20. rentemente, la longitud es del orden de unas 1,5" a unas 2" (aprox., de 38 a 50 mm) más o menos 0,5" (aprox., 12,5 mm).  
 25.

Del equipo anteriormente descrito, puede sacarse una napa o velo, una esterilla o lámina y luego convertirse



en hilo en una dobladora o retorcedora de una forma convencional de modo que el hilo puede entonces tejerse para formar una tela. Alternativamente, el producto obtenido de una carda, de una garnett o de una "Rando-Webber" puede utilizarse para preparar una hoja o lámina no tejida que puede doblarse con sí misma o con otras láminas, por ejemplo otros materiales tejidos o no tejidos. Estos géneros láminas compuestos son útiles para confeccionar cortinas, ropajes y rellenos de tapicería. - - - - -

- 5. Según la naturaleza particular del producto final deseado, el denier de las fibras utilizadas en las mezclas puede ser, por ejemplo, del orden de unos 0,5 a unos 20. Para el uso en la preparación de rellenos de tapicería se prefiere un denier del orden de unos 5 a unos 18. Se prefieren deniers menores, del orden de unos 2 a 5, para preparar rellenos de fibras aglomerados o no tejidos para el uso en telas de trajes, cortinas, ropajes y similares. Para usos especiales, es frecuentemente deseable utilizar una mezcla de fibras de denier relativamente pequeño, tal como del orden de 2 a 5, con fibras de denier mayor, tal como las del orden de 8 a 18. - - - - -

Las composiciones preferidas de recubrimiento que pueden aplicarse para aglomerar fibras en el producto comprenden un copolímero de cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno o una mezcla de los mismos con comonómeros libres de halógeno. La proporción de monómeros que contienen cloro del copolímero es del orden de unos 60 a 90% en peso. El copolí



- mero también contiene de unos 0,5 a 5% en peso, basado en el peso total del copolímero, de un material comonomérico reactivo, incluyendo N-metilolacrilamida, N-metilolmetacrilamida y N-metilol-4-pentenoguanamina. Los copolímeros pueden
5. también contener hasta unos 5% en peso de otros comónómeros que tengan un hidrógeno reactivo (pero que no sean autorreactivos), incluyendo ácidos monoetilénicamente insaturados, tales como ácido acrílico, ácido metacrílico y ácido itacónico, amidas de tales ácidos, tales como acrilamida y metacrilamida,
10. ésteres de tales ácidos que contengan hidroxilo, tales como beta-hidroxietilacrilato y beta-hidroxietilmetacrilato, beta-hidroxipropilmetacrilato, beta-hidroxipropilacrilato, alfa-hidroxipropilacrilato, alfa-hidroxipropilmetacrilato y similares, aminoalquilésteres de tales ácidos, tales
15. como N-dimetilaminoetilacrilato, N-dimetilaminoetilmetacrilato y mezclas de dos o más de los monómeros reactivos. - -

El copolímero contiene también de unos 9,5 a unos 40% en peso de monómeros relativamente no reactivos tales como acrilatos o metacrilatos de alquilo en los que el alquilo tiene de unos 1 a unos 18 átomos de carbono y es preferentemente alquilo inferior de 1 a 8 átomos de carbono in-

20. cluyendo metilo, etilo, n-butilo, hexilo, 2-etilhexilo, laurilo, estearilo y similares, prefiriéndose el acrilato de etilo; también pueden emplearse otros monómeros tales como

25. acetato de vinilo, estireno, acrilonitrilo o una mezcla de tales monómeros. - - - - -

Estos copolímeros pueden aplicarse como una diso-



- lución o como una dispersión no acuosa en un disolvente orgánico volátil, tal como xileno, tolueno, benceno, cloruro de etileno, acetona, dioxano o sus mezclas, a una concentración de polímero de unos 1 a unos 30% en peso. Preferentemente, los copolímeros se aplican como dispersiones acuosas de polímeros insolubles en agua obtenidos por copolimerización en emulsión de los monómeros que tienen una concentración de sólidos del orden de unos 20 a 65% tal como se preparan inicialmente. - - - - -
- 5.
10. La aplicación de la composición de recubrimiento al producto fibroso para el aprestado o para la aglomeración de fibras puede realizarse por pulverización de la disolución o dispersión sobre el producto fibroso o por inmersión del producto fibroso en la disolución o dispersión a concentraciones que tengan una relación suficiente de absorción en húmedo para proporcionar la proporción deseada de polímero sobre el producto fibroso. El producto puede secarse a una temperatura del orden de unos 140° a unos 200°F (aprox., de 60 a 93°C) y entonces curarse, por ejemplo por calentamiento a una temperatura de 250 a 310°F (aprox., de 121 a 154°C) durante 1 a 5 minutos. Cuando se desean productos más gruesos, la aplicación por pulverización puede implicar la pulverización de una cara del producto y el secado y luego la pulverización y el secado de la otra cara, a lo que sigue el curado a una temperatura y durante un tiempo del orden mencionado anteriormente. - - - - -
- 15.
- 20.
- 25.

En general, las proporciones relativas de la fi-

43



- bra de poliéster, de la fibra de polímero que contiene halógeno y del copolímero aglomerante especificadas anteriormente proporcionan una gama amplia de productos fibrosos aglomerados que son resistentes a la llama, retardantes de la llama o autoapagables. Sin embargo, es difícil especificar las gamas o proporciones totales que producirán en cada caso un producto fibroso aglomerado que sea suficientemente resistente a la llama para todos los fines. Debe entenderse que la selección de las proporciones relativas del poliéster y de las fibras del polímero que contiene halógeno puede requerir (1) que el polímero aglomerante se emplee en la parte inferior del orden amplio mencionado anteriormente o (2) que el polímero aglomerante contenga una proporción de monómero que contiene halógeno que se halla en la parte superior del orden especificado. Muchos factores afectan la capacidad de retardar la llama de la mezcla fibrosa, tales como el tamaño (denier), la presencia de colorante o deslustante, la naturaleza de formación de rizo, la porosidad y la composición química particular de las dos fibras. La composición de las fibras y las proporciones relativas entre las fibras mezcladas y el polímero aglomerante deben correlacionarse para proporcionar las características deseadas de resistencia a la llama en el producto aglomerado final. Ello requiere solamente un simple experimento para comprobar la combinación elegida. - - - - -
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.

METODO DE ENSAYO

La muestra de hoja aglomerada de unas 0,5" a 0,75"



- (aprox., 12,5 a 19 mm) de espesor y que tiene las dimensiones de 10" por 12" (aprox., 250 x 300 mm) se suspende verticalmente en aire que tiene la temperatura y la humedad ambientales normales, por ejemplo 25°C y de 20 a 90% de humedad relativa. Una llama de gas propano que tiene una longitud de unas 1,5" (aprox., 38 mm) se dirige sobre la superficie de la hoja colgante. La hoja se mantiene en la llama durante 5 segundos. Ello puede hacerse en un recinto protector, tal como una campana de laboratorio. Se registra el grado de chamuscado, fusión, goteo y el tiempo de quemado continuo después de sacar la llama. - - - - -
- 5.
  - 10.

La durabilidad de la muestra al lavado y al limpiado en seco se ensaya comparando (1) los resultados obtenidos sobre trozos de muestra de los artículos fibrosos aglomerados antes de ningún lavado o limpiado en seco y (2) los resultados obtenidos después de someter trozos adicionales del mismo artículo aglomerado a uno o más lavados o a una o más operaciones de limpiado en seco o tanto al lavado como al limpiado en seco. - - - - -

- 20. Para el lavado, se introduce una muestra de la hoja aglomerada en la máquina lavadora en una bolsa individual de tela de sábanas de algodón blanqueado de 80 sq. con bastantes hojas o bastante carga de toallas de rizo para proporcionar una carga de 8 libras (aprox., 36 kg) en una lavadora doméstica automática. El ciclo total de lavado es de unos 34 minutos incluyendo los aclarados y el secado por centrifugación y la disolución utilizada en el ciclo de la-
- 25.

-431357



25000

- vado es de 15 galones (aprox., 57 l) de agua que contienen media taza de detergente, disponible comercialmente y vendido bajo la marca "Tide", a 140°F (aprox., 60°C). El ciclo total de lavado es de 15 minutos de lavado, 5 minutos de aclarado con pulverización en rotación, un aclarado a fondo a 104°F (aprox., 40°C) durante 2,5 minutos y unos 3,5 minutos de secado por centrifugación. El lavado es seguido por un secado en tambor en una secadora doméstica que se hace trabajar caliente (unos 120 a 140°F -aprox., 49 a 60°C). El secado tiene lugar usualmente en unos 20 minutos. - - - - -
- 5.
- 10.

- Para el limpiado en seco, la muestra se coloca en una bolsa. La bolsa con su contenido se coloca en una máquina de limpiado en seco de modelo de laboratorio que contiene un galón (aprox., 3,8 l) de percloroetileno. La muestra dispuesta dentro de la bolsa se trata al tambor durante unos 30 minutos. La bolsa se saca y la hoja de muestra se seca en una secadora de tambor de 120°-140°F (aprox., 49-60°C). - - - - -
- 15.

- Se describirán ahora realizaciones preferidas de la invención en los siguientes ejemplos que se dan sólo para ilustrarla y en los cuales todas las partes y porcentajes lo son en peso y la temperatura lo es en grados Fahrenheit a menos que se indique de otra forma. - - - - -
- 20.

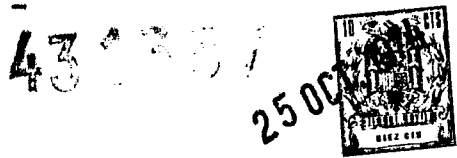
EJEMPLO 1

25. Se prepara una mezcla de relleno fibroso (garnett)



25 OCT 1958

- que contiene, distribuida de forma completa y aleatoriamente, una mezcla de 4 partes de tereftalato de polietileno de 5 deniers (Dacron 88) que tiene una longitud de 2 a 2,5" (aprox., 50 a 63 mm) y 1 parte de fibras de 5 deniers de polímero de cloruro de vinilo (Leavil) que tiene una longitud
5. de unas 1,5 a unas 2" (aprox., 38 a 50 mm). Una muestra de un espesor de 0,75" (aprox., 19 mm) y 10" x 12" (aprox., 250 x 300 mm) de esta mezcla de fibras (que pesa 13,0 gramos) recibe una pulverización, en una cara, con una dispersión al 23% en sólidos de un copolímero en emulsión de 85% de cloruro de vinilideno, 9,5% de acrilato de metilo, 3,5% de acrilato de etilo y 2% de una mezcla aproximadamente equimolar de acrilamida y N-metilolacrilamida. La muestra se seca en una estufa de aire forzado a 240-260°F (aprox., 116-127°C) durante unos 2 minutos. La otra cara se pulveriza de forma similar con la misma dispersión polimérica, se seca como anteriormente (unos 2 minutos a 240-260°F -aprox., 116-127°C) y luego se cura durante 2 minutos a 300°F (aprox., 149°C). La muestra curada pesa 15,1 gramos, de modo que la cantidad de copolímero aglomerante de cloruro de vinilideno de la misma es de aproximadamente 16,1%, basado en el peso de la fibra antes del aglomerado. Cuando se ensaya por lo que se refiere a la llama de la manera descrita anteriormente, con 0,75" (aprox., 19 mm) de la llama extendiéndose por la muestra, no existe goteo ni fusión ni durante la exposición a la llama. La longitud carbonizada es de 2 pulgadas (aprox., 50 mm) y el quemado cesa al sacar la llama. - - - - -
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



EJEMPLO 2

5. Siguiendo substancialmente el proceso del Ejemplo 1 y cambiando la relación entre las fibras de poliéster y las fibras de cloruro de polivinilo de 4:1 a 2:1 y substituyendo el copolímero del Ejemplo 1 por un copolímero en emulsión de 66% de cloruro de vinilideno, 30% de acrilato de etilo y 4% de acrilamida y N-metilolacrilamida, en aproximadamente una relación equimolar, se obtiene una tela que no forma llama. La adición del aglomerante, determinada después del secado y del curado, es de 16%. Al ensayar por lo que se refiere a la llama no tiene lugar quemado con fusión o goteo, la longitud máxima carbonizada es de 3,5 pulgadas (aprox., 88 mm) y al sacar la llama el quemado o cesa inmediatamente o cesa en los 7 segundos de después de sacar la llama. - - - - -

10.

15.

EJEMPLO 3

20. Siguiendo substancialmente el proceso descrito en el Ejemplo 1 y substituyendo la mezcla de relleno de fibras descrita en el mismo por una mezcla al 1:1 de fibras de tereftalato de polialquileno (Dacron 88) y fibras metacrílicas de 5 deniers, de una longitud de 2 pulgadas (aprox., 50 mm) de un copolímero de cloruro de vinilideno al 50% y acrilonitrilo al 50% (Verel) se obtiene una mezcla de fibras con una adición de 27,5% después de pulverizar el aglomerante del Ejemplo 1, producto que cuando se expone a la llama de la manera descrita anteriormente ni se funde ni gotea. -

25.

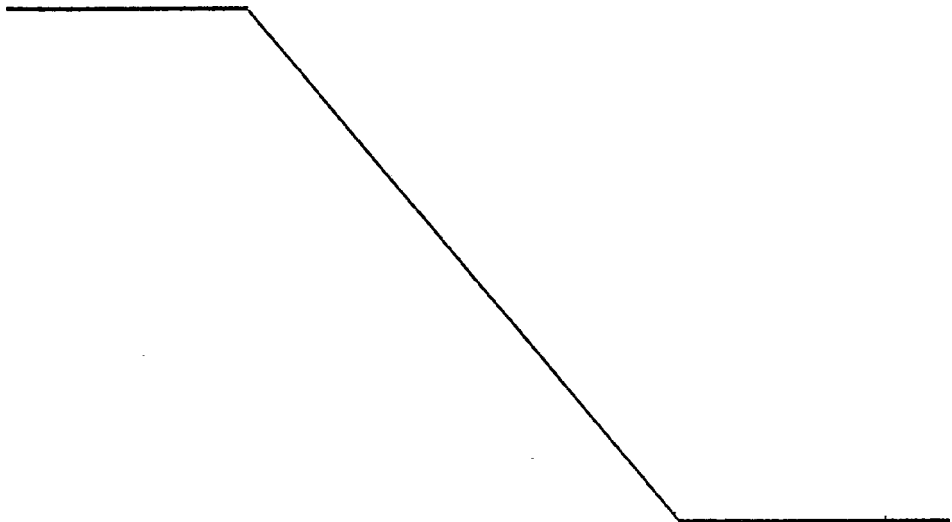
43 1 3 1



EJEMPLO 4

5. Empleando la hoja de fibras mezcladas preparada de la manera descrita en el Ejemplo 3 y empleando como copolímero aglomerante el copolímero descrito en el Ejemplo 2, se obtiene una mezcla de relleno de fibras resistente a la llama que tiene una adición de 30%, producto que, cuando se ensaya por lo que se refiere a la llama de la manera descrita anteriormente, ni se enciende ni funde ni gotea. - - - - -

10. La tabla siguiente ilustra otras mezclas a distintas relaciones que han sido tratadas con el aglomerante descrito en los Ejemplos 1 y 2 y que pueden también ser tratadas adicionalmente con óxido coloidal de antimonio al 3,0% o al 6,3%. Los resultados indican claramente la cualidad de no formación de llama de las mezclas de poliéster tanto en la etapa de la preparación original como después del lavado y del limpiado en seco. - - - - -



43177

RESULTADOS

Ejemplo Nº	Mezcla	Relación	Aglomerante del Ejemplo	Oxido coloidal de antimonio	Muestra original	Después 50 lavados	Después de lim piar en seco
5	*A/B	4/1	1	-	***No I	***SE-2 segundos	-
6	A/B	10/1	1	6,3%	No I	SE-1 segundo	-
7	A/B	5/1	1	3,0%	No I	No I	-
8	A/B	1/1	2	-	No I	No I	No I
9	A/C	10/1	1	6,3%	No I	No I	-
10	A/C	10/1	1	3,0%	No I	No I	-
11	A/C	1/1	1	-	No I	No I	No I
12	A/C	4/1	1	6,3%	SE-3	SE-5	-
13	A/D	4/1	1	3,0%	SE-1	No I	-
14	A/D	1/1	2	-	No I	SE I, 34	No I
15	A/D	3/1	2	6,3%	No I	No I	-

\* A = Dacron; B = Ieavil; C = Cordelan; D = Verel.

\*\*\* No I = no quemado al sacar la llama después de exposición de .5 segundos.

\*\*\*\* SE = autoapagado.





25 OCT. 1957

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

5. 1.- Procedimiento para la preparación de un textil resistente a la llama, caracterizado porque comprende: formar un material poliéster fibroso, que comprende fibra de poliéster que forma llama y fibra que no forma llama, y tratarlo con un polímero que no forma llama y que contiene hasta 10. 10 partes en peso de sinérgico retardante de la llama por 100 partes en peso de fibra. - - - - -

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende mezclar: - - - - -

(A) de 65 a 95% en peso (de las fibras totales) de fibras de poliéster; - - - - -

(B) de 5 a 35% en peso (de las fibras totales) de fibras de polímero que contiene halógeno; - - - - -

y tratar la mezcla para recubrir o aglomerar las fibras con una mezcla de 5 a 50% en peso (basado en el peso de las fibras) de un copolímero que comprende: - - - - -

(a) de 60 a 90% en peso del copolímero de unidades de uno o más monómeros que contienen halógeno; - - - - -

(b) de 0,5 a 5% en peso del copolímero de unidades de N-metilolacrilamida, N-metilolmetacrilamida o N-metilol-4-

43 1 3 5 7



2500

-pentenoguanamina y sus mezclas; - - - - -

(c) hasta 5% en peso del copolímero de unidades de comonomero que contiene un hidrógeno reactivo; - - - - -

5. (d) de 9,5 a 40% en peso del copolímero de unidades de un acrilato de alquilo, metacrilato de alquilo, acetato de vinilo, estireno y/o acrilonitrilo; - - - - -

y (C) hasta 10 partes en peso por cien partes en peso de fibra de un sinérgico retardante de la llama; - - - - -

y secar el producto y curar el polímero. - - - - -

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el halógeno de (a) es cloro. - - - - -

15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 2 ó 3, para la producción de un producto no tejido, caracterizado porque el componente B comprende fibras de polímero que contiene cloro y las fibras están aglomeradas por copolímero en el cual las unidades (c) comprenden unidades de ácido monoetilénicamente insaturado, hidroxialquiléster de amida y/o aminoalquiléster y en las unidades (d) todas las unidades de acrilato o metacrilato de alquilo son unidades de acrilato de alquilo en C<sub>1</sub> a C<sub>8</sub> o metacrilato de alquilo en C<sub>1</sub> a C<sub>8</sub>. - - - - -

20. 5.- Procedimiento según la reivindicación 2 ó 3, para la producción de un producto tejido, caracterizado por

*Handwritten signature*



que las fibras están recubiertas o aglomeradas conjuntamente con de 5 a 20% en peso (basado en el peso de las fibras) de copolímero. - - - - -

5. 6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el componente B comprende fibras de poli(cloruro de vinilo) sindiotáctico, las unidades (a) son unidades de cloruro de vinilideno, las unidades (b) se hallan presentes en una cantidad de 0,5 a 2,5% en peso y las unidades (c) comprenden unidades de acrilamida, metacrilamida, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico o sus mezclas y se hallan presentes en una cantidad de hasta 2,5% en peso.

15. 7.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el componente B comprende fibras de un polímero que contiene cloro y las fibras están aglomeradas entre sí por un copolímero en el cual las unidades (a) comprenden unidades de cloruro de vinilideno, las unidades (b) se hallan presentes en una cantidad de hasta 2,5% en peso, las unidades (c) se hallan presentes en una cantidad de hasta 2,5% en peso y comprenden unidades de acrilamida, metacrilamida, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico o sus mezclas y en las unidades (d) todas las unidades de acrilato o metacrilato de alquilo son unidades de acrilato de alquilo en C<sub>1</sub> a C<sub>8</sub> o unidades de metacrilato de alquilo en C<sub>1</sub> a C<sub>8</sub>. - - - - -

25. 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las fibras de po-

431357



liéster comprenden fibras de tereftalato. - - - - -

5. 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las fibras de poliéster comprenden fibras derivadas de ácido tereftálico y etilenglicol, tereftalato de dimetilo y etilenglicol y/o tereftalato de dimetilo y 1,4-ciclohexanodimetanol o equivalentes de cualquiera de ellos que formen poliésteres. - - -

10. 10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el sinérgico retardante de la llama comprende un compuesto que contiene antimonio, fósforo, nitrógeno, halógeno o un óxido de antimonio, arsénico, aluminio, boro o zinc. - - - - -

15. 11.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 10, caracterizado porque el producto se seca a una temperatura de 140° - 200°F (aprox., 60° - 93°C) y se cura por calentamiento a 250° - 310°F (aprox., 121° - 154°C) durante 1 a 5 minutos. - - - - -

20. 12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el artículo textil está destinado al uso en o como una prenda, cojín o colcha o en cualquier otro artículo compuesto. - - - - -

13.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN TEXTIL RESISTENTE A LA LLAMA" . - - - - -

Handwritten signature or initials.

431337



25 OCT. 1974

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veinticuatro hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID, 25 OCT. 1974

P. A. M. CURELL SUÑOL

A handwritten signature in cursive script, appearing to read 'M. Curell Suñol', written in dark ink.

mcm.

Handwritten initials, possibly 'PL', written in a stylized cursive script.