

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES

11

NUMERO

467.697

A1

FECHA DE PRESENTACION

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 27 10 498.9	10 de marzo de 1.977	Rep. Federal Alemana

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09K	

64 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PROTECTORES CONTRA LA INFLAMACION A BASE DE DERIVADOS DEL ACIDO FOSFONOCARBOXILICO.

71 SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

72 INVENTOR (ES)
Heinrich Heine., Gerhard Winter., Hans-Dieter Block.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de medios protectores contra la inflamación, a capas de retención conteniendo estos medios protectores contra la inflamación que se hichan bajo los efectos del calor formando unas espumas que tienen una reducida conductibilidad térmica y en estado hinchado son estables o como mínimo estables durante un periodo de tiempo contra altas temperaturas.

En la protección contra incendios son usuales unas medidas de prevención que evitan la iniciación de un incendio o una extensión del mismo o como mínimo lo retardan temporalmente. Así es conocido revestir objetos expuestos al fuego con materiales a base de óxido de aluminio y óxido de cromo. Asimismo es conocido incorporar en tales materiales soluciones de fosfato de aluminio o ácido fosfórico al 80%. Según la publicación alemana DAS 2.502.930 se conocen materiales resistentes al fuego a base de óxido de aluminio y fosfatos alcalino-térreos como aglutinantes que al calentar presentan una dilatación permanente. También se conocen composiciones hinchables a base de polifosfatos amónicos y de aquellos materiales que carbonizan bajo los efectos del calor y dan una espuma de carbono. Tales medios protectores contra la inflamación hinchables protegen por la formación de espuma amortiguadora del calor el objeto contra la ulterior entrada de aire, con lo que se interrumpe la combustión del material. En la formación de la espuma y su descomposición se forman gases incombustibles tales como nitrógeno o dióxido de carbono.

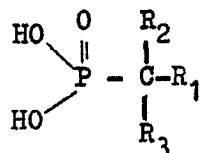
El objeto de la invención son medios protectores contra la inflamación que se caracterizan porque contienen sales metálicas de uno o varios ácidos fosfonocarboxílicos

y/o ácidos fosfónicos.

El objeto principal de la presente invención es un procedimiento para la obtención de medios protectores contra la inflamación caracterizado porque sales metálicas de uno o varios ácidos fosfonocarboxílicos y/o ácidos fosfónicos se incorporan en una mezcla de aglutinantes o individualmente en los aglutinantes necesarios para la mezcla, ésto se mezcla íntimamente y a continuación se aplica sobre los objetos expuestos a la inflamación.

Sorprendentemente se ha descubierto que los compuestos de fósforo orgánicos descritos más abajo son adecuados para la obtención de espumashinchables. Estos compuestos de fósforo son sales neutras y/o ácidas de ácidos fosfónicos y/o de ácidos fosfonocarboxílicos con metales di o bien trivalentes que se pueden emplear individualmente o en cualquier mezcla arbitraria. Como metales se emplean  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , preferentemente se utilizan sales de magnesio y de zinc, con especial preferencia las sales ácidas de magnesio y/o las sales ácidas de zinc.

Con preferencia se entienden bajo ácidos fosfónicos y/o fosfonocarboxílicos en el sentido de la presente invención los mono-, di-, tri- y poliácidos así como sus derivados, que se pueden describir mediante la siguiente fórmula:



donde los restos  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  tienen los significados siguientes:  $R_1$  significa un grupo carboxi, un grupo fosfono, un resto alquilo, alcoxi o alquilamino, en caso dado una o varias veces interrumpido por oxígeno y/o nitrógeno, como mínimo con un sus-

tituyente del grupo que comprende los sustituyentes -COOH y/o -PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>, donde en cada caso el grupo alquilo contiene 1 - 12 átomos de carbono, preferentemente 1 - 4 átomos de carbono y la suma del número de los grupos carboxilo y fosfona es de 5 1 a 8, preferentemente de 1 a 4; resto hidroxialquilo o aminoalquilo con 1 - 12, preferentemente 1 - 4 átomos de carbono, R<sub>2</sub> significa hidrógeno, cloro, bromo, un resto alquilo con 1 - 12 átomos de carbono, preferentemente 1 - 4 átomos de carbono, un grupo hidroxilo, amino, acilamino, ureido, carbamilo, fenilo, 10 carboxilo o fosfona, R<sub>3</sub> significa hidrógeno, cloro, bromo, un resto alquilo con 1 - 12 átomos de carbono, preferentemente 1 - 4 átomos de carbono, un resto fenilo o los grupos mencionados para R<sub>1</sub>, pero independientes de R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> juntos también representan, 15 bajo inclusión del átomo de carbono central, un carbociclo de 5 a 7 miembros, en caso dado interrumpido por nitrógeno, o juntos un resto alquilenos, preferentemente un resto metileno, o un resto alquilenos sustituido por grupos fosfona y/o grupos carboxilo, con 1 - 4 átomos de carbono, preferentemente 1 - 2 20 átomos de carbono; o juntos por un átomo de oxígeno doblemente enlazado. Entre estos se encuentran, por ejemplo, estos ácidos:

Acido fosfonoacético

Acido metilfosfonoacético

25 Acido etilfosfonoacético

Acido fosfonosuccínico

Acido 1-metil-fosfonosuccínico

Acido 1-etil-fosfonosuccínico

Acido 2-metil-fosfonosuccínico

30 Acido fosfonoglutárico y sus derivados,

- Acido fosfonoadípico y sus derivados  
Acido fosfono-etan-1,2-dicarboxílico  
Acido 1-fosfono-propan-1,2-dicarboxílico  
Acido 1-fosfono-pentan-1,2-dicarboxílico  
5 Acido 2-fosfono-propan-2,3-dicarboxílico  
Acido 2-fosfono-pentan-1,2-dicarboxílico  
Acido 2-fosfono-butan-2,3-dicarboxílico  
Acido 2-fosfono-pentan-2,3-dicarboxílico  
Acido 4-fosfono-octan-4,5-dicarboxílico  
10 Acido 2-fosfono-butan-1,2,4-tricarboxílico  
Acido 2-fosfono-pentan-1,2,4-tricarboxílico  
Acido 2-fosfono-hexan-1,2,4-tricarboxílico  
Acido 2-fosfono-heptan-1,2,4-tricarboxílico  
Acido 3-fosfono-pentan-2,3,5-tricarboxílico  
15 Acido 3-fosfono-heptan-1,3,4-tricarboxílico  
Acido 3-fosfono-hexan-2,3,5-tricarboxílico  
Acido 4-fosfono-octan-3,4,6-tricarboxílico  
Acido 5-fosfono-nonan-4,5,7-tricarboxílico  
Acido 3-fosfono-octan-2,3,5-tricarboxílico  
20 Acido 1,3-difosfono-butan-3,4-dicarboxílico  
Acido 2,4-difosfono-pentan-4,5-dicarboxílico  
Acido 3,5-difosfono-hexan-5,6-dicarboxílico  
Acido 2,4-difosfono-heptan-1,2-dicarboxílico  
Acido 1,3-difosfono-pentan-3,4-dicarboxílico  
25 Acido 1,3-difosfono-hexan-3,4-dicarboxílico  
Acido 2,4-difosfono-hexan-4,5-dicarboxílico  
Acido 3,5-difosfono-octan-5,6-dicarboxílico  
Acido 3,5-difosfono-nonan-5,6-dicarboxílico  
Acido 3,5-difosfono-octan-2,3-dicarboxílico  
30 Acido 1,3-difosfono-butan-2,3,4-tricarboxílico

- Acido 1,3-difosfono-pentan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 1,3-difosfono-heptan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 1-fosfono-propan-1,2,3-tricarboxílico
- Acido 2-fosfono-butan-2,3,4-tricarboxílico
- 5 Acido 3-fosfono-pentan-1,2,3-tricarboxílico
- Acido 3-fosfono-hexan-1,2,3-tricarboxílico
- Acido 4-fosfono-heptan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 2-fosfono-hexan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 4-fosfono-nonan-4,5,6-tricarboxílico
- 10 Acido 2-fosfono-pentan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 3-fosfono-heptan-3,4,5-tricarboxílico
- Acido 1-fosfono-2-metil-propan-1,2,3-tricarboxílico
- Acido 2-fosfono-3-etil-butan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 3-fosfono-4-metil-pentan-3,4,5-tricarboxílico
- 15 Acido 4-fosfono-5-propil-hexan-4,5,6-tricarboxílico
- Acido 2-fosfono-3-metil-hexan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 4-fosfono-5-metil-nonan-4,5,6-tricarboxílico
- Acido 1-fosfono-2-metil-pentan-1,2,3-tricarboxílico
- Acido 2-fosfono-3-metil-pentan-2,3,4-tricarboxílico
- 20 Acido 3-fosfono-4-etil-heptan-3,4,5-tricarboxílico
- Acido 1,1-difosfono-propan-2,3-dicarboxílico
- Acido 2,2-difosfono-butan-3,4-dicarboxílico
- Acido 3,3-difosfono-pentan-4,5-dicarboxílico
- Acido 3,3-difosfono-hexan-1,2-dicarboxílico
- 25 Acido 2,2-difosfono-pentan-3,4-dicarboxílico
- Acido 4,4-difosfono-heptan-2,3-dicarboxílico
- Acido 1,1-difosfono-pentan-2,3-dicarboxílico
- Acido 3,3-difosfono-heptan-4,5-dicarboxílico
- Acido 1,1-difosfono-2-metil-propan-2,3-dicarboxílico
- 30 Acido 2,2-difosfono-3-metil-butan-3,4-dicarboxílico

- Acido 2,2-difosfono-3-metil-pentan-3,4-dicarboxílico
- Acido 3,3-difosfono-4-etil-heptan-4,5-dicarboxílico
- Acido 2,2-difosfono-3-propil-heptan-3,4-dicarboxílico
- Acido 1-fosfono-butan-2,3,4-tricarboxílico
- 5 Acido 1-fosfono-pentan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 1-fosfono-3-metil-pentan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 1-fosfono-3-metil-heptan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 1-fosfono-3-propil-hexan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 1-fosfono-3-metil-butan-2,3,4-tricarboxílico
- 10 Acido 1-fosfono-3-propil-butan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido fosfonopropiónico
- Acido fosfonomaléico
- Acido 2-fosfonobutantetracarboxílico-1,2,3,4
- Acido 2-fosfonobutantetracarboxílico-1,2,4,4
- 15 Acido 2-fosfono-pentantricarboxílico-1,2,4
- Acido 3-fosfonopropan-1,1-dicarboxílico
- Acido 3,3-dicarboxipentan-1,5-difosfónico
- Acido 2-fosfonoetan-1,1-dicarboxílico
- Acido 1,2-difosfonosuccínico
- 20 Acido 4-fosfonobutan-2,3,4-tricarboxílico
- Acido 1,3,5-tricarboxipentan-3-fosfónico
- Acido 1-fosfonopropan-1,2,3-tricarboxílico
- Acido 1-fosfonobutantricarboxílico-2,3,4
- Acido 1,1-difosfonopropan-2,3-dicarboxílico
- 25 Acido 3-fosfonobutantricarboxílico-1,2,3
- Acido 3,3-difosfonobutan-1,2-dicarboxílico
- Acido 1,3-dicarboxipropan-1-fosfónico
- Acido 2-carboxipropan-1-fosfónico
- Acido 1-carboxipropan-2-fosfónico
- 30 Acido polivinilfosfónico

- Copolímero de ácido vinilfosfónico-ácido acrílico
- Acido metan-difosfónico
- Acido etan-1,2-difosfónico
- Acido etan-1,1-difosfónico
- 5 Acido propan-1,3-difosfónico
- Acido butan-1,4-difosfónico
- Acido etan-1,2-difosfónico
- Acido etan-1,1-difosfónico
- Acido 1-hidroxi-etan-1,1-difosfónico
- 10 Acido 1-hidroximetan-difosfónico
- Acido 1-hidroxipropan-1,1-difosfónico
- Acido 1-hidroximetan-1-fenil-metandifosfónico
- Acido 1-cloro-1-fenil-metandifosfónico
- Acido diclorometandifosfónico
- 15 Acido 1-aminoetan-1,1-difosfónico
- Acido 1-aminometan-1,1-difosfónico
- Acido 1-morfolino-etan-1,1-difosfónico
- Acido dimetilaminometandifosfónico
- Acidos 1-aminoetan-1,1-difosfónicos sustituidos y cíclicos
- 20 Acido N-metilpirrolidon-5,5-difosfónico
- Acido 1,4-diaminobutan-1,1,4,4-tetrafosfónico y otros
- Acidos alcan- $\alpha$ ,  $\omega$ -bis-aminodifosfónicos
- Acidos 1-fosmamidino-etan-1,1-difosfónicos
- Acidos 1-carbamoil-etan-1,1-difosfónicos
- 25 Acidos 1-ureido-etan-1,1-difosfónicos
- Acidos N-carboximetil-1-amino-alcan-1,1-difosfónicos
- Acidos 1,2-dihidroxi-etan-1,1-difosfónicos
- Acido 1-hidroximetan-2-aminoetan-1,1-difosfónico
- Acido carbonildifosfónico
- 30 Acido 1-acetamidino-etan-1,1-difosfónico

- Acido nitrilo-tris-metilenfosfónico
- Acido aminoacético-N,N-bis-metilenfosfónico
- Acido etilendiamin-tetrametilenfosfónico
- Acido hexametilendiamin-tetrakis-metilenfosfónico
- 5 Acido tetrametilentriamin-pentakis-metilenfosfónico
- Acido etilendiamin-mono- $\beta$ -propiónico-tris=(metilenfosfónico)
- Acido 1-hidroxi-3-amino-propan-1,1-difosfónico
- Acidos azacicloalcan-2,2-difosfónicos
- Acidos dialquilaminometantrifosfónicos
- 10 Acidos fosfonoetercarboxílicos
- Acidos piperidin-6,6-difosfónicos
- Acidos aminofosfónicos cíclicos

La selección de los medios protectores contra la inflamación a emplear depende esencialmente de su disponibilidad y economía, por lo que se emplean con preferencia las sales del ácido fosfonopropiónico y ácido fosfonosuccínico.

Los fosfonatos se pueden espumar junto con materiales de carga, por ejemplo, con sustancias resistentes al agua, tales como caolina, arcilla, hidrato de arcilla, óxido de zinc, harina de amianto, harina de vidrio, harina de cuarzo, sulfatos cálcicos y pigmentos. También se pueden mezclar adicionalmente los agentes de propulsión conocidos, tales como por ejemplo úrea, diciandiamida, melamina, etc, con lo que, según la temperatura de descomposición del agente de propulsión y del fosfonato se obtienen distintas estructuras espumadas.

En conexión con aglutinantes, tales como por ejemplo resinas, lacas, especialmente lacas de resina alquídica, lacas de cloro caucho, lacas de poliuretano, lacas de resina epóxido, lacas zapónicas, lacas endurecibles por ácido, lacas a base de polímeros de vinilo (soluciones y dispersiones acuo-

5  
sas) y lacas a base de ésteres de celulosa o bien éteres de celulosa se pueden elaborar los polvos o bien las mezclas pulverulentas a masas aplicables con espátula, con una mayor proporción de aglutinante también a masas aplicables con brocha. Para ello se agregan los medios protectores contra la inflamación de la presente invención a los aglutinantes en cantidades de un 10 a 80% en peso y se mezclan con éstos.

10  
Los fosfonatos de la presente invención y las mezclas y preparados obtenidos de ellos han demostrado ser unas sustancias inhibidoras de la inflamación eficaces. Mediante su formación de espuma se aísla termicamente el sustrato sobre el cual están aplicados. Una formación de espuma de estas es además deseable cuando es importante, por ejemplo, en puentes de instalación de un piso a otro o de una sección protegida  
15  
contra incendios hacia la otra hermetizar los huecos que quedan en caso de incendio.

20  
El objeto de la presente invención es por lo tanto también el empleo de los medios protectores contra la inflamación para la protección de los objetos expuestos a incendios, tales como por ejemplo construcciones de acero, madera y cuerpos conformados orgánicos.

25  
Los medios protectores contra la inflamación se pueden aplicar, en dependencia de la resistencia a las llamas que se desee en espesor o cantidad arbitraria por unidad de superficie. Para la mayoría de los fines es suficiente un espesor entre unos 0,2 y 3 mm.

30  
La invención se explica con más detalle a base de los ejemplos a continuación; para comprobar la espumabilidad bajo carga térmica se colocó la mezcla de polvo o un material de recubrimiento preparado de ella sobre una placa de metal y

se colocó en un horno de mufla o se espuso directamente a una llama de gas natural. Los recubrimientos sobre madera se expusieron directamente a la llama de gas natural.

EJEMPLO 1.-

5                   192,5 g de ácido fosfonopropiónico al 40% se  
mezcló en un matraz redondo de 1 litro de capacidad, dotado  
de agitador, refrigerador de reflujo y termómetro, con 200 cc  
de agua destilada y se calentó a 60 hasta 70°C. En esta mez-  
cla se introdujeron entonces en porciones, bajo agitación,  
10 29,2 g de carbonato de Zn básico. Después de haberse introdu-  
cido todo el carbonato de Zn básico se calentó a unos 100°C  
(reflujo) y se dejó durante una hora a 100°C. Después de enfriar  
se evaporó el contenido del matraz, que se componía de un pre-  
cipitado y de una parte líquida, en el evaporador rotativo ba-  
15 jo presión reducida hasta sequedad, la sal sólida se seco a  
continuación en el armario secador hasta obtener un peso cons-  
tante a 110 hasta 120°C y a continuación se molturó en un  
molino. El rendimiento ascendió a unos 95 g.

En el tratamiento térmico en el horno de mufla  
20 a 300 °C se obtuvo de una capa de polvo de 2 mm de altura so-  
bre una placa de metal una capa de espuma de poros finos de  
20 mm de color marrón claro. Al tratar hasta 450°C se formó  
una capa de espuma negra de 30 mm de espesor que estaba firme-  
mente adherida sobre la base.

25 EJEMPLO 2.-

Se preparó una mezcla compuesta en un 80% en  
peso de un fosfonopropionato de zinc ácido (obtenido como en  
el ejemplo 1) y un 20% de diciandiamida. La espumación se efec-  
tuó como en el ejemplo 1. Debido a los efectos de calor se  
30 hinchó la capa de polvo a 300°C una capa de espuma bastante

igualada, teñida de color marrón de unos 35 mm que estaba firmemente adherida sobre la placa y que tampoco se fundía al llamear directamente a continuación.

EJEMPLO 3.-

5                   Se preparó una mezcla compuesta en un 80% en peso de un fosfonopropionato de zinc ácido (preparado como en el ejemplo 1) y un 20% en peso de melamina. La espumación se efectuó como en el ejemplo 1. Debido a los efectos de calor se hinchó la capa de polvo a 300°C a una capa de espuma teñida de color marrón de unos 35 mm que quedaba firmemente adherida sobre la placa.

EJEMPLO 4.-

15                   Se preparó una mezcla que contenía un 95% en peso de un fosfonopropionato de zinc ácido (obtenido como en el ejemplo 1) y un 5% en peso de harina de amianto. El tratamiento térmico en un horno de mufla calentado eléctricamente a 300°C dió una capa de espuma negra, conteniendo carbono, de unos 35 mm de altura que estaba firmemente adherida sobre la placa.

20                   Al actuar 450°C sobre la misma mezcla en el horno de mufla calentado eléctricamente se hinchó la capa de polvo a una capa de espuma negra, conteniendo carbono, de unos 30 mm, que estaba firmemente adherida sobre la placa.

EJEMPLO 5.-

25                   Se preparó una mezcla compuesta de 95% en peso de un fosfonopropionato de zinc ácido (obtenido como en el ejemplo 1) y un 5% en peso de un  $Al(OH)_3$  calentado a 200°C. Al tratar térmicamente en un horno de mufla calentado eléctricamente a 450°C se hinchó la capa de polvo a una capa de espuma negra de unos 42 mm de altura que estaba firmemente ad-

30

herida sobre la placa.

EJEMPLO 6.-

5 198,1 g de ácido fosfonosuccínico al 50% se  
mezclan en un matraz redondo de 1 litro de capacidad, dotado  
de agitador, refrigerador de reflujo y termómetro, con 300 cc  
de H<sub>2</sub>O destilada y se calienta a 60°C. En esta mezcla se in-  
troducen entonces bajo agitación, en porciones, 29,2 g de car-  
bonato de zinc básico, a continuación se calienta a unos 100°C  
(reflujo) y se mantiene durante una hora a esta temperatura.  
10 Después de enfriar se evapora el contenido del matraz en un  
evaporador rotativo bajo presión reducida hasta sequedad. La  
sal sólida se seca a continuación en un armario secador a  
110 hasta 120°C, hasta obtener un peso constante, y después  
se moltura en un molino de bolas. El rendimiento asciende a  
15 95,6 g (= 82,9% de la teoría).

El tratamiento térmico de una capa de polvo de  
2 mm de altura en el horno de mufla a 300°C da una capa de  
espuma negra de unos 55 mm de altura que está firmemente ad-  
herida sobre la placa.

20 Al tratar térmicamente el mismo polvo de sal  
en el horno de mufla calentado eléctricamente a 450°C, se for-  
ma una capa de espuma negra de 28 mm de altura, firmemente ad-  
herida sobre la placa.

EJEMPLO 7.-

25 192,5 g de ácido fosfonopropiónico se mezclan  
en un matraz redondo de 1 litro de capacidad, dotado de agita-  
dor, refrigerador de reflujo y termómetro, con 300 cc de agua  
destilada y se calienta a 60 hasta 70°C. En esta mezcla se in-  
troduce entonces en porciones, bajo agitación, una mezcla de  
30 29,3 g de carbonato de zinc básico y 24,6 g de carbonato de Mg

básico y 24,6 g de carbonato de Mg básico. Después de haberse introducido toda la cantidad de la mezcla se calienta a unos 100°C (reflujo) y se mantiene durante una hora a esta temperatura. Después de enfriar se evapora el contenido del matraz bajo presión reducida en el evaporador rotativo hasta sequedad y la sal sólida se seca seguidamente en el armario secador hasta obtener un peso constante a 110 hasta 120°C y a continuación se moltura en un molino. Se prepara una mezcla que en un 80% en peso se compone del Zn-Mg-fosfono-propionato ácido arriba descrito y de un 20% en peso de úrea. Se aplica en una capa de 2 mm de espesor sobre una placa metálica y en un horno de mufla calentado eléctricamente se calienta a 300°C. Se forma una capa de espuma teñida de color marrón claro, principalmente de boros finos, de unos 20 mm de altura que está firmemente adherida sobre la placa.

EJEMPLO 8.-

192,5 g de ácido fosfonopropiónico al 40% se mezclan en un matraz de 1 litro de capacidad, dotado de agitador, refrigerador de reflujo y termómetro, con 400 cc de agua destilada y se calienta a 60 hasta 70°C. En esta mezcla se introducen bajo agitación 13,95 g, en porciones, de polvo de hierro y después de agregar la cantidad total de Fe se deja durante una hora a 100°C. Después de enfriar se evapora el contenido del matraz en el evaporador rotativo bajo N<sub>2</sub> y presión reducida hasta sequedad, la sal sólida se seca en el armario secador a 110 hasta 120°C hasta obtener un peso constante y a continuación se moltura en un molino.

Se prepara una mezcla que se compone en un 80% en peso de un hierro-fosfono-propionato ácido (obtenido como en el ejemplo 8) y en un 20% en peso de úrea. Esta mezcla se

aplica en un espesor de 2 mm sobre una placa de metal y se calienta en un horno de mufla, calentado eléctricamente, a 300°C. Se forma así una capa de espuma negra, brillante, de unos 25 mm de altura que está firmemente adherida sobre la placa.

5

EJEMPLO 9.-

140 g de Zn-fosfono-propionato ácido según el ejemplo 1 se mezclan con 100 g de laca Zapon diluida (~ 15% de laca + 85% de diluyente de NC) a una masa aplicable por espátula. Esta masa se aplica sobre una chapa de metal en un espesor de un mm en forma igualada y se seca a temperatura ambiente. La placa se calienta entonces en un horno de mufla calentado eléctricamente a 300°C con lo que se forma una capa de espuma igualmente negra en amplios márgenes de unos 45 mm de altura y que se adhiere firmemente sobre la placa.

10

15

Recubrimientos aptos para ser pintados se obtienen al emplear concentraciones más reducidas de zinc-fosfono-propionato. El espesor de capa del recubrimiento deseado se logró mediante la aplicación de una o varias veces de la capa de pintura.

20

EJEMPLO 10.-

Una pintura con zinc-fosfono-propionato (obtenida como en el ejemplo 1) y 20% de CaSO<sub>4</sub> (anhidrito) se preparó a base de un aglutinante de alquidal. Para ello se mezclaron 7 g de aglutinante de alquidal (66,5% de aglutinante de alquidal, 31,5% de bencina de ensayo, 2% de secante) con 16,5g de bencina de ensayo, 36,2 g de zinc-fosfono-propionato y 9,1 g de anhídrito a una masa extendible que, después de secar al aire contiene aproximadamente un 90,5% de sólidos, ésteres, zinc-fosfono-propionato y anhídrito en proporción 80:20.

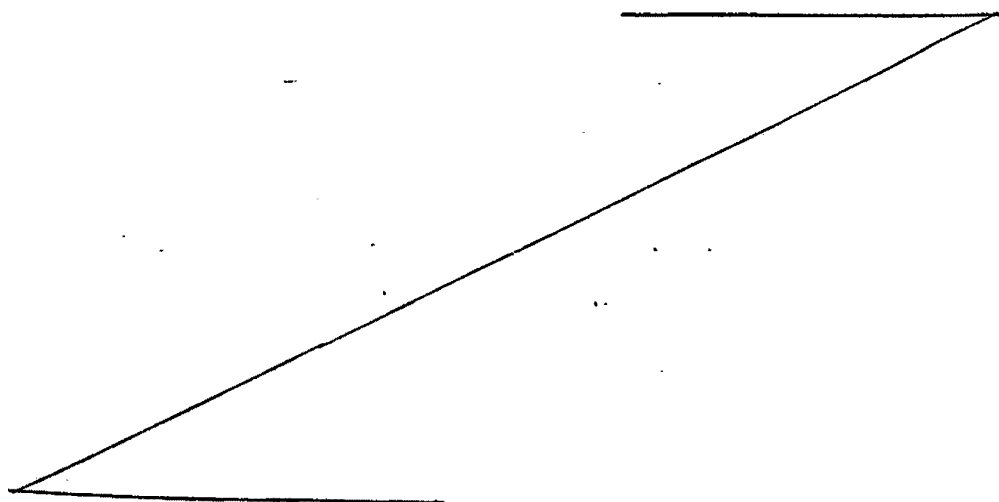
25

30

5 Esto se aplica con un pincel y este proceso se repite, después de secar, varias veces. Se obtiene una capa de firme adhesión de unos 0,5 mm de altura de capa con una superficie lisa que contiene unos 372 g de zinc-fosfono-propionato y 94 g de anhídrido/m<sup>2</sup>. En un tratamiento térmico de esta capa recubierta en un horno de mufla calentado a 300°C se hinchó la capa a una capa espumada conteniendo carbono, negra, de 15 mm que se adhiere firmemente sobre la placa.

10 Una placa de acero recubierta en igual forma se llameó desde el lado recubierto con una llama de gas natural. La medición de la temperatura se efectuó con termoelementos en la llama y en el lado inferior de la placa. Con una temperatura de la llama de unos 1000°C subió la temperatura en el lado inferior de la placa en el transcurso de 3 horas desde 15 temperatura ambiente a 460°C. Una placa no recubierta alcanzó bajo las mismas condiciones los 490°C ya después de 10min.

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

5 1.- Procedimiento para la obtención de protectores  
contra la inflamación a base de derivados del ácido fosfonocarbo-  
xilico, caracterizado porque se hacen reaccionar hidróxidos me-  
tálicos y/o sales metálicas con el correspondiente ácido fosfo-  
nocarboxílico y/o ácido fosfónico a una temperatura comprendida  
entre la temperatura ambiente y 150°C bajo una presión compren-  
10 dida entre 1 atmósfera y 10 atmósferas, se separan las sales  
metálicas así formadas, se secan y, en caso dado se mezclan in-  
tímidamente, en cualquier secuencia con cargas y/o vehículos y/o  
pigmentos.

15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-  
rizado porque se hacen reaccionar tanto las sales metálicas bá-  
sicas cuanto las sales metálicas neutras y/o sales metálicas  
ácidas con las correspondientes sales neutras y/o ácidas de me-  
tal alcalino de los ácidos fosfonocarboxílicos y/o fosfónicos.

20 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-  
rizado porque se hacen reaccionar los metales correspondientes  
con los correspondientes ácidos fosfonocarboxílicos y/o fosfó-  
nicos.

25 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3,  
caracterizado porque se hacen reaccionar, como sales metálicas,  
las sales del zinc, del calcio, del estroncio, del magnesio, del  
aluminio, del cromo (III) y/o de hierro.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4,  
caracterizado porque se hacen reaccionar las sales metálicas  
del ácido fosfonopropiónico y/o fosfosuccínico.

30 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5,  
caracterizado porque se hace reaccionar el zinc-fosfonopropiona-  
to primario y/o magnesio-fosfonopropionato primario.

7.- Procedimiento para la obtención de protectores

contra la inflamación a base de derivados del ácido fosfonocarboxílico, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5 Esta Memoria consta de 17 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 1 ENE. 1979

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GONZÁLEZ GARCÍA Y PÉREZ

por el Sr. Fernando J. García

