

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la Memoria adjunta.

Case 1-11578/+

477448 A I

N. MERO
FECHA DE PRESENTACION
5 FEB. 1979

477448

PATENTE DE INVENCION

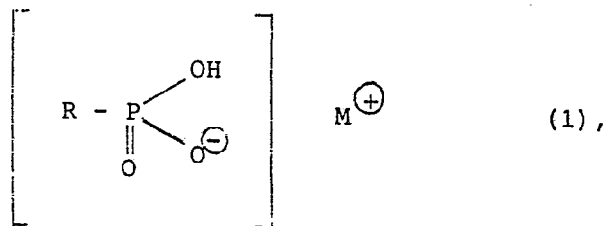
30 PRIORIDADES		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
1279/78-1	6 Febrero 1978	Suiza
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	D 06 M	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN MATERIAL DE FIBRA ORGANICO IGNIFUGADO"		
71 SOLICITANTE (S)		
CIBA-GEIGY AG		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
BASILEA (Suiza)		
72 INVENTOR (ES)		
Hermann Nachbur Peter Rohringer		
73 TITULAR (ES)		
CIBA-GEIGY AG		
74 REPRESENTANTE		
D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial		

DESCRIPCIÓN

=====

Objeto de este invento es un procedimiento para la ignifugación de material de fibra orgánico, el cual se caracteriza por tratarse este material con la solución acuosa de una sal de ácido fosfónico de la fórmula

5.



10.

en la que

R significa etilo o, de preferencia, metilo y

M^{\oplus} significa un catión de metal alcalino o de amonio,

15.

y secársele.

Los iones de metal alcalino se derivan por ejemplo del litio, del potasio o, en particular, del sodio. Se prefieren las sales de monoamonio a las sales de metal alcalino. En primer término del interés se halla un procedimiento en el que se utiliza como sustancia activa ignifugante el metilfosfonato de monoamonio.

20.

Las sales de la fórmula (1) empleadas según este invento se obtienen por reacción de los ácidos correspondientes con las bases correspondientes y por

25.

- lo general aparecen como soluciones acuosas al 30 a 50 % en peso. Los propios ácidos alquifosfónicos son conocidos, por ejemplo por J. Am. Chem. Soc. 75, 3379 y siguientes (1953). Lo mismo cabe decir de las sales alcalinas de ácido alquifosfónico, que están descritas, por ejemplo, en la patente USA 3.894.986.
5. En cambio, el metil-fosfonato de monoamonio y el etil-fosfonato de monoamonio son nuevos y constituyen por lo tanto otro objeto más de este invento.
10. El procedimiento de este invento se realiza por lo general tanto por el método de aspersion como, en particular, por el método de fulardeo. Entran asimismo en consideración el procedimiento de inmersión o el de borboteo, por ejemplo.
15. Como que las sales de ácido fosfónico de la fórmula (1) son solubles en agua, normalmente no se necesitan adiciones de agentes auxiliares para la solubilización en los baños, las coladas o las soluciones de aspersion para la aplicación. En cambio, pueden emplearse conjuntamente con ventaja los agentes suavizadores del tacto, tensioactivos o substancias reguladoras del pH que son habituales, como urea, diciandiamida, hexametilentetramina, sulfatos o fosfatos ácidos de amonio o acetato sódico.
20. En el método de fulardeo, preferido, las soluciones de sal de ácido fosfónico se aplican con una absorción de líquido de 60 a 110 % en peso por
- 25.

- ejemplo, preferentemente de 60 a 100 % en peso y en particular de 65 a 80 % en peso, al material de fibra que se ha de aprestar y a continuación se seca, a temperaturas de 60 a 120° C, pero preferentemente inferiores a 100° C, por ejemplo de 60 a 100° C y en particular de 70 a 90° C, al material impregnado.
- 5.

- El procedimiento de este invento se presta para la ignifugación de material de fibra orgánicos, entre ellos la madera, de preferencia el papel (por ejemplo, papeles pintados) o en particular géneros textiles en cualquier fase de alboración, como filamentos, hilos, bobinas, vellón, géneros de punto, tejidos o prendas listas de indumentaria, o bien de materiales de decoración, como tapices, alfombras, fundas para muebles, cortinajes o papeles para empapelar recubiertos de tela.
- 10.
- 15.

- El material de fibra orgánico que se apreste puede ser de origen natural o sintético o estar constituido por mezclas de fibras naturales y sintéticas. En calidad de fibras naturales entran en cuenta sobre todo las fibras que contienen queratina o celulosa, incluidas las fibras de celulosa regenerada, como las de lino, de cáñamo, de sisal, de ramie y preferentemente de lana, de algodón y/o de seda artificial, lana celulósica o viscosa.
- 20.
- 25.

Además de las fibras de celulosa pura entran en consideración sus mezclas con fibras sintéticas, en las que la proporción de celulosa es preferentemente del

20 a 80 % en peso de la mezcla. En concepto de fibras sintéticas entran en cuenta, por ejemplo, los poliésteres, de preferencia polimerizado mixto de acrilonitrilo o en particular el poliacrilonitrilo. Aunque menos preferidas, entran también en cuenta, por ejemplo, las fibras de triacetato de celulosa y las fibras hechas de alcoholes polivinílicos reticulados, por ejemplo acetatos o cetales de alcoholes polivinílicos.

5. Sin embargo, en primer término del interés, junto a las fibras de celulosa y sus mezclas con fibras sintéticas, se hallan los materiales de fibra puramente sintética, especialmente los de poliéster o, sobre todo, de poliacrilonitrilo o polimerizados mixtos de acrilonitrilo. Los papeles pintados hechos de poliacrilonitrilo pueden aprestarse muy bien de modo ignífugo procediendo según este invento.

10. Tales fibras de poliéster se derivan sobre todo del ácido tereftálico, por ejemplo de tereftalato de (poli)-etilenglicol o de tereftalato de (poli)-1,4-ciclohexilendimetileno.

15. En los polimerizados mixtos de acrilonitrilo la proporción de acrilonitrilo importa de conveniencia el 50 % en peso a lo menos, preferentemente el 85 % en peso a lo menos, del polimerizado mixto.

20. Se trata en tal caso sobre todo de polimerizados mixtos para cuya producción se han utilizado otros compuestos de vinilo, por ejemplo cloruro de vinilo, clo-

ruro de vinilideno, metacrilatos, acrilamida o ácidos estirensulfónicos, como comonomeros.

5. Las soluciones acuosas con que se tratan estos materiales de fibra contienen normalmente de 25 a 500 g/kg de la sal de ácido fosfónico de la fórmula (1).

10. Particularmente en el tratamiento de materiales de fibra puramente sintéticos, hechos de poliéster por ejemplo, por el método preferido del fulardeo suelen bastar concentraciones de 25 a 100 g/kg en el baño, sobre todo cuando se utiliza la sal amónica. Pero de preferencia se actúa en el método del fulardeo con concentraciones de 200 a 450 g/kg en el baño, sobre todo para el apresto ignifugante de fibras de poliacrilonitrilo.

20. El índice de pH de las soluciones usadas de acuerdo con este invento es por lo general de 4 a 8 y se ajusta por adición de una base, por ejemplo de hidróxido alcalino, de amoníaco o de substancias reguladoras del pH del tipo que se ha indicado antes.

25. La aplicación necesaria de compuesto de la fórmula (1) para lograr un efecto ignifugante suficiente es distinta según el tipo de la fibra y del material y oscila normalmente entre 2 y 25 % respecto al peso de fibra.

Por el procedimiento de este invento no se consiguen efectos de ignifugación permanentes, por

lo que los materiales de fibra tratados no deben ser sometidos a ningún lavado posterior.

5. El procedimiento de este invento se distingue sobre todo porque con él se pueden aprestar ignífugamente de manera eficaz los más diversos substratos y los agentes utilizados no manifiestan ninguna acción corrosiva, lo cual es sumamente ventajoso en el engrapamiento con grapas metálicas de papeles pintados tratados, por ejemplo en la decoración.

10. La resistencia a la luz de los materiales de fibra de poliéster y poliacrilonitrilo teñidos o aclarados no es prácticamente afectada por los aprestos conformes a este invento. También resulta muy ventajosa la buena compatibilidad de las sales de ácido fosfónico utilizadas según este invento con la mayoría de los agentes de refinamiento textil, como agentes hidrófobos y oleófobos, atesantes y suavizadores del tacto.

15. Las escasas cantidades de depósito que son necesarias para la ignifugación de las fibras de poliéster constituye otra ventaja del procedimiento de este invento.

20. En los ejemplos que siguen, los porcentajes y las partes son siempre unidades en peso.

25. Ejemplo 1

Con un baño acuoso de la composición indicada en la Tabla I que sigue se fulardean diversos te-

5. jidos y durante 30 minutos se seca a 80° C. Después de 12 horas de climatización a 45 % de humedad relativa del aire, se procede a la prueba del efecto ignifugante según la DOC FF 3-71 (tiempo de encendido: 3 segundos). Los resultados están indicados asimismo en la Tabla I (página 9).

Los tejidos no tratados arden.

Ejemplo 2

10. Se fulardean con baños acuosos de la composición indicada en la Tabla II (página 10) los materiales de fibra reseñados en dicha Tabla II. Los resultados de la prueba de ignifugación después del acondicionamiento y el secado efectuados tal como se ha indicado en el Ejemplo 1 están asimismo expuestos en la Tabla II. Aquí la prueba de ignifugación se realiza de manera análoga también a la DOC FF 3-71, pero con el tiempo de encendido que la Tabla II señala. Los materiales de fibra correspondientes no tratados arden en cambio por completo.

20.

Ejemplo 3

25. Un tejido de viscosa con peso superficial de 180 g/m² se fulardea con un baño acuoso que contiene 200 g/litro de metilfosfonato de monoamonio (al 40 %) y 200 g/litro de acetato de polivinilo (al 50 %). La absorción de líquido es del 90 % y la depositación de

TABLA 1

	Tipo y peso superficial del tejido tratado														
	Algodón ² (140 g/m ²)		Poliéster/algodón 67 : 33 (167 g/m ²)				Poliéster (200 g/m ²)				Poliacrilonitrilo (138 g/m ²)				
Metilfosfonato monosódico (al 100 %) g/kg	75	75	-	359	385	-	-	25	44	33	45	312	376	345	371
Metilfosfonato monoammonio (al 100 %) g/kg	-	-	200	-	-	354	371	-	-	-	-	-	-	-	-
Indice de pH del baño	5,5	7,1	5,35	5,5	7,1	4,8	5,35	5,5	5,5	7,1	7,1	5,5	5,5	5,5	5,5
% de deposición de fosfonato después del secado	5,2	4,6	14,7	20,3	22	20,6	24,5	2,2	3,5	2,8	3,6	24,5	30,9	26,3	33,1
<u>Incombustibilidad:</u>															
Tiempo de encendido (seg.)	0	10	0	0	5,0	0	6	0	5,0	0	6	1	5,0	1	3,0
Longitud de desgarro (cm)	0	8,5	7	0	5,5	0	4	0	6	0	6,5	0	1,5	0	1,5

TABLA II

	Tipo y peso superficial del material de fibra					
	Tela de decoración a base de poliacrilonitrilo (105 g/m ²)	Tela para colchonetas hecha de viscosa (140 g/m ²)	Tela para colchonetas hecha de 40% de poliacrilonitrilo y 60% de algodón (315 g/m ²)	Felpa para muebles, hecha de 40% de poliacrilonitrilo y 60% de algodón (415 g/m ²)	Papel pintado* hecho de poliacrilonitrilo (250 g/m ²)	
Metilfosfonato de monoammonio (al 40%) g/litro	600	200	400	400	1000 1000	
Producto de condensación de 1 mol de p-nitrofenol y 0 moles de óxido de etileno (al 100%) g/litro	-	2	-	-	- 2	
Acetato de polivinilo (al 50%) g/l	-	50	-	-	- 40	
Índice de pH del baño	5,3	5,5	5,4	5,4	5,1 5,2	
% de absorción de líquido de despositación de metilfosfonato de monoammonio después del secado	110	100	75	85	65 70	
Incombustibilidad: Tiempo de encendido (seg.) Retraso en la toma del fuego (seg.) Longitud de desgarro (cm)	12 0 12	12 0 15	3 0 2,5	15 0 8,5	3 1,5 0 0 2 7	12 0 12,5

*-Papel pintado constituido por un vellón de celulosa que ha sido rociado en el dorso con estireno y secado y que a continuación se ha pegado con fibras de poliacrilonitrilo.

POOR QUALITY

- fosfonato, después de secar a 120° C durante 10 minutos, de 7,2 %. A continuación, por el método de enrase con rasqueta de aire, se reviste el tejido por ambos lados con una solución acuosa, viscosa, de 1000 partes
5. de acetato de polivinilo (al 50 %), 150 partes de metilfosfonato de monoamonio (al 40 %), 10 partes de hidroxietilcelulosa (al 100 %) y 30 partes de amoníaco (al 30 %), la cual presenta un pH de 8,0. La capa depositada es de 140 g/m² en cada uno de los lados. El
10. tejido así revestido se seca a 120° C durante 5 minutos y a continuación se elabora en laminillas antiactínicas, que según la prueba DOC FF 3-71 con tiempo de encendido de 3 segundos presentan un retraso de 0 segundos en la toma del fuego y una longitud de desgarro de 5,5 cm,
15. para la urdimbre, y un retraso de 0 segundos en la toma del fuego y una longitud de desgarro de 5,0 cm para la trama. Las laminillas antiactínicas hechas sin metilfosfonato de monoamonio arden en cambio por completo.

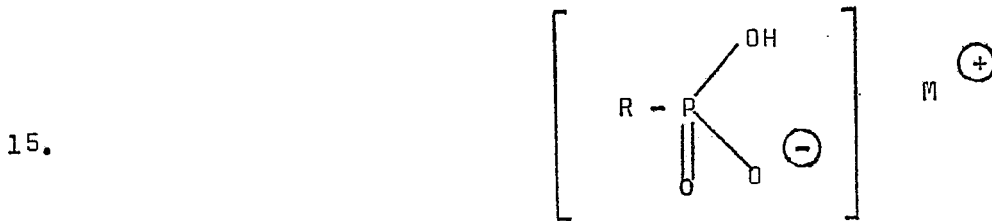
= . =

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

5) 1. Procedimiento para la obtención de un material de fibra orgánico ignifugado, caracterizado porque un material de fibra sintética, o celulósica, o sus mezclas, en particular constituido por fibras de poliacrilonitrilo, poliéster, poliéster-celulosa ó celulosa, se trata preferentemente por el método de fulardeo, con una solución acuosa que contiene preferentemente 25 a 500 gr por litro de una sal de ácido fosfónico de la fórmula general

10.



en la que

R significa metilo o etilo y

18. M⁽⁺⁾ significa un catión de metal alcalino o de amonio,

20.

y en particular metilfosfonato monoamónico, secando a continuación el material de fibra tratado a una temperatura preferentemente comprendida entre 60° y 100°C.

25. 2. Procedimiento para la obtención de un material de fibra orgánico ignifugado,

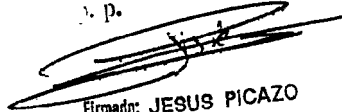
Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 13 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 5 Febreo 1979

P.a.

JAIIME ISERN

p. p.



Firmado: JESUS PICAZO