



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 356 918**

51 Int. Cl.:
C08K 5/00 (2006.01)
C08K 5/5313 (2006.01)
C08K 5/53 (2006.01)
C08K 5/5377 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05011163 .2**
96 Fecha de presentación : **24.05.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1602685**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.12.2005**

54 Título: **Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión.**

30 Prioridad: **02.06.2004 DE 10 2004 026 799**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
14.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
14.04.2011

73 Titular/es:
CLARIANT PRODUKTE (DEUTSCHLAND) GmbH
Brüningstrasse 50
65929 Frankfurt am Main, DE

72 Inventor/es: **Bauer, Harald;**
Höroid, Sebastian;
Nass, Bernd y
Sicken, Martin

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 356 918 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión.

5 El presente invento se refiere a una composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, así como a un procedimiento para la preparación de esta composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, y a su utilización.

10 Ciertos compuestos orgánicos de fósforo encuentran uso como agentes ignifugantes para unos materiales sintéticos tales como p.ej. poliamidas o poliésteres. En el caso de su preparación, por ejemplo según el documento de solicitud de patente europea EP-A-1 047 700 o el documento de solicitud de patente alemana DE-A-199 10 232, estos compuestos orgánicos de fósforo resultan en una forma pulverulenta. La forma pulverulenta es desventajosa en muchos casos, puesto que ella refuerza tanto la tendencia a la formación de polvo como también la tendencia a explosiones de polvo y dificulta la incorporación en formulaciones poliméricas debido a una densidad aparente demasiado baja, y eventualmente porque el material sólido pulverulento es mal mojado por el polímero.

15 El documento EP-A-1 396 523 describe una composición de agentes ignifugantes. En este contexto, una composición de agentes ignifugantes, pulverulenta, se compacta de manera preferida con rodillos. La composición de agentes ignifugantes, pulverulenta, se compone de un componente ignifugante orgánico de fósforo y de un agente coadyuvante de compactación. Los agentes coadyuvantes de compactación se escogen de manera preferida entre el conjunto que se compone de compuestos etoxilados de alquilo, glicoles, caprolactama, fosfato de trifenilo, ceras y resinas sintéticas.

20 Las composiciones de agentes ignifugantes, pulverulentas (no granuladas por compresión), tienen la desventaja de poseer un pequeño tamaño de partículas y/o una pequeña densidad aparente.

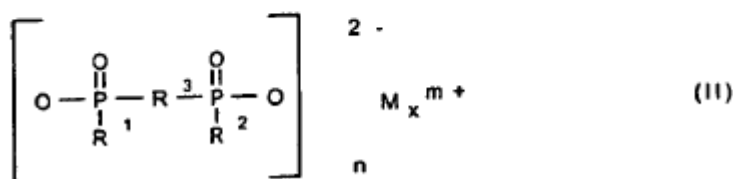
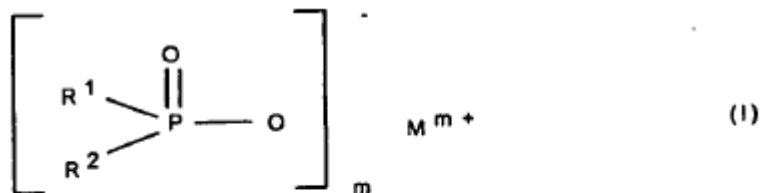
Un tamaño de partículas situado por debajo del intervalo preferido dificulta la incorporación debido a una proporción elevada de polvo y a un peligro aumentado de explosión.

25 Un tamaño de partículas de acuerdo con el estado de la técnica situado por encima del intervalo preferido conforme al invento dificulta la distribución uniforme del agente ignifugante orgánico de fósforo. Esto se exterioriza en unos malos valores de resistencia mecánica (p.ej. el módulo E, la resistencia a la tracción) así como también en una insuficiente ignifugación.

30 La misión de poner a disposición una composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, con una baja proporción de polvo, a solas, se puede conseguir por según el estado de la técnica. Sin embargo, en el estado de la técnica es desventajoso el hecho de que los agentes coadyuvantes de compactación propuestos o bien no tienen por sí mismos ningún efecto ignifugante, o a causa de un comparativamente bajo contenido de fósforo sólo prestan una pequeña contribución a éste.

35 Por consiguiente, subsistía la misión de poner a disposición una composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, con un contenido elevado de fósforo. El problema planteado por esta misión se resuelve mediante el recurso de que una sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o sus polímeros, y un fosfinato de zinc fusible se granulan por compresión, añadiéndose eventualmente un agente sinergista.

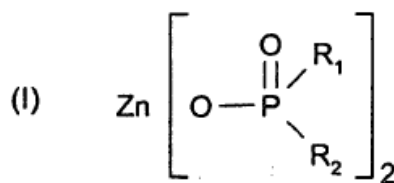
El invento se refiere por lo tanto a una composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, la cual está caracterizada porque ella contiene una sal de ácido fosfínico de la fórmula (I) y/o una sal de ácido difosfínico de la fórmula (II) y/o sus polímeros,



en las que

- R¹, R²** son iguales o diferentes y significan alquilo de C₁-C₆, lineal o ramificado, y/o arilo;
- R³** significa alquileo de C₁-C₁₀, lineal o ramificado, arileno, alquil-arileno o aril-alquileo de C₆-C₁₀;
- M** significa Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Fe, Zr, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na, K y/o una base nitrogenada en la forma protonada;
- m** significa de 1 hasta 4;
- n** significa de 1 hasta 4;
- x** significa de 1 hasta 4,

y un fosfinato de zinc fusible, correspondiendo los fosfinatos de zinc fusibles a la fórmula (I) y/o a sus polímeros,



en la que

R¹, R² son iguales o diferentes y significan hidrógeno, alquilo de C₁-C₁₈, lineal o ramificado y/o arilo, así como tienen un punto de fusión comprendido entre 40 y 250°C, y el fosfinato de zinc fusible tiene un contenido de fósforo de 10 - 35 % en peso,

así como la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, contiene

- a) de 50 hasta 98 % en peso de una sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y/o (II) y/o de sus polímeros y
- b) de 2 hasta 50 % en peso de un fosfinato de zinc fusible.

Sorprendentemente, se encontró que unos cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, que se han producido con la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, conforme al invento, tienen un efecto ignifugante mejorado. Sorprendentemente, se encontró además que estos cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, conformes al invento, tienen unos mejorados índices de resistencia mecánica (p.ej. el módulo E y la resistencia a la tracción).

De manera preferida, **M** significa calcio, aluminio o titanio.

Por bases nitrogenadas en la forma protonada se entienden de manera preferida las formas protonadas de amoníaco, melamina, trietanol-amina, en particular NH₄⁺.

Por bases nitrogenadas en la forma protonada se entienden de manera preferida las formas protonadas de acetoguanamina, acetilen-urea, 1-adamantanamina, alquil-guanidina, alantoína, 2-amino-4-metil-pirimidina, amelida, amelina, anilina, benzoguanamina, benzotriazol, bencil-urea, biguanida, biuret, butiroguanamina, caprinoguanamina, diciandiamida, dimetil-urea, difenil-guanidina, N,N'-difenil-urea, 5,5-difenil-hidantoína, dodecil-guanidinas, N-(2-aminoetil)-1,2-etano-diamina, etilen-bis-5-triazona, etilen-dimelamina, N-etil-piperidina, anhídrido de glicina, glicolurilo, guanidina, urea, hidantoína, amidoamidina de ácido malónico, melamina, 2-fenil-bencimidazol, 1-fenil-biguanida, fenil-guanidina, tetrametoxi-metil-benzoguanamina, tetrametil-guanidina, tetrametil-urea, tolil-triazol, trietanol-amina y/o productos de condensación de la melamina p.ej. melem, melam o melon o respectivamente unos compuestos de este tipo, condensados en mayor grado.

De manera preferida, **R¹ y R²** son iguales o diferentes y significan alquilo de C₁-C₆, lineal o ramificado y/o fenilo.

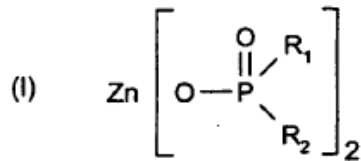
De manera especialmente preferida, **R¹ y R²** son iguales o diferentes y significan metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, terc.-butilo, n-pentilo y/o fenilo.

De manera preferida **R³** significa metileno, etileno, n-propileno, iso-propileno, n-butileno, terc.-butileno, n-pentileno, n-octileno o n-dodecileno.

De manera preferida, **R³** significa también fenileno o naftileno.

De manera preferida, R^3 significa también metil-fenileno, etil-fenileno, terc.-butil-fenileno, metil-naftileno, etil-naftileno o terc.-butil-naftileno.

De manera preferida, R^3 significa también fenil-metileno, fenil-etileno, fenil-propileno o fenil-butileno



5 Los fosfinatos de zinc fusibles corresponden a la fórmula (I) y/o a sus polímeros, en la que R^1 y R^2 son iguales o diferentes y significan hidrógeno, alquilo de C_1 - C_{18} lineal o ramificado y/o arilo, y tienen un punto de fusión comprendido entre 40 y 250°C.

De manera preferida, R^1 y R^2 son iguales o diferentes y significan alquilo de C_1 - C_6 lineal o ramificado y/o fenilo.

10 De manera especialmente preferida, R^1 y R^2 son iguales o diferentes y significan metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, terc.-butilo, n-pentilo y/o fenilo.

De manera especialmente preferida, en el caso del fosfinato de zinc se trata de la sal de zinc del ácido dimetil-fosfínico, de la sal de zinc del ácido metil-etil-fosfínico, de la sal de zinc del ácido difenil-fosfínico o de la sal de zinc del ácido dietil-fosfínico. También se adecuan la sal de zinc del ácido etil-butil-fosfínico y la sal de zinc del ácido dibutil-fosfínico.

15 Los fosfinatos de zinc fusibles tienen un contenido de fósforo de 10 a 35 % en peso, de manera especialmente preferida de 15 a 25 % en peso.

El dietil-fosfinato de zinc fusible, que se puede emplear especialmente bien conforme al invento, presenta ya de por sí un efecto ignífugante. Además, él posee, con aproximadamente 20 % en peso, un contenido de fósforo el doble de alto que p.ej. el fosfato de trifenilo (con 9,5 %) mencionado en el estado de la técnica.

20 De manera preferida, la composición de agentes ignífugantes, granulada por compresión, junto a la sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y/o (II), pulverulenta conforme al invento, y/o a sus polímeros y al fosfinato de zinc fusible, contiene además por lo menos un agente sinergista.

25 Conforme al invento, como agentes sinergistas se prefieren fosfato de melamina (p.ej. ®Melapur MP de la entidad Ciba-DSM Melapur), fosfato de dimelamina, trifosfato de pentamelamina, difosfato de trimelamina, trifosfato de tetrakismelamina, pentafofosfato de hexakismelamina, difosfato de melamina, tetrafosfato de melamina, pirofosfato de melamina (p.ej. ®Budite 311 de la entidad Budenheim, ®MPP-B de la entidad Sanwa Chemicals), polifosfatos de melamina, polifosfatos de melam, polifosfatos de melem y /o polifosfatos de melon. Se prefieren en particular unos polifosfatos de melamina tales como ®Melapur 200/70 de la entidad Ciba-DSM Melapur, ®Budite 3141, 3141 CA y 3141 CB y una mezcla de un polifosfato de melamina y de pirofosfato de melamina de los tipos 13-1100, 13-1105, 13-1115, MPP02-244 de la entidad Hummel-Croton y PMP-200 de la entidad Nissan.

Además, unos productos de condensación de melamina, tales como melam, melem y/o melon, son agentes sinergistas preferidos.

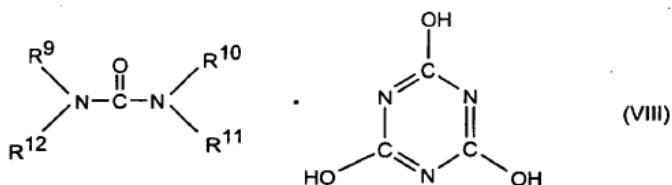
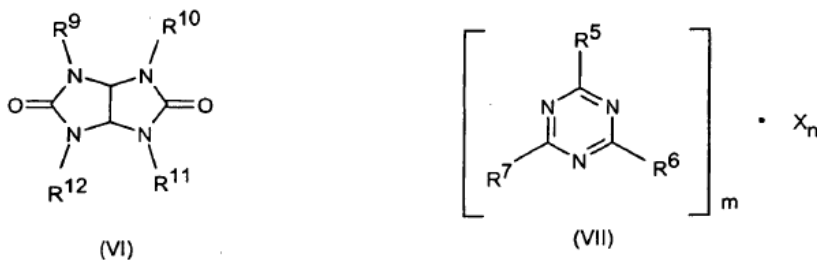
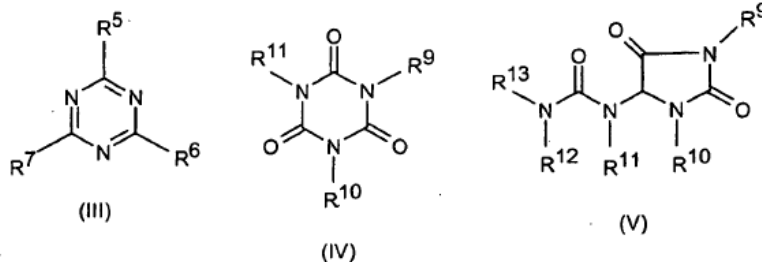
35 En otra forma de realización, unos productos de condensación de la melamina o unos productos de reacción de la melamina con ácido fosfórico o respectivamente unos productos de reacción de los productos de condensación de la melamina con ácido fosfórico, así como ciertas mezclas de los productos mencionados, son agentes sinergistas preferidos. Unos productos de condensación de la melamina son p.ej. melem, melam o melon, o respectivamente compuestos de este tipo con un mayor grado de condensación, así como mezclas de los mismos, y se pueden preparar p.ej. mediante un procedimiento, tal como el que se describe en el documento de solicitud de patente internacional WO-96/16948.

40 Como los productos de reacción con ácido fosfórico se entienden unos compuestos, que resultan mediante reacción de melamina o de los compuestos condensados de melamina tales como melam, melem o melon, etc., con ácido fosfórico. Ejemplos de ellos son un polifosfato de melamina, un polifosfato de melam y un polifosfato de melem o respectivamente unas polisales mixtas, tales como las que se describen p.ej. en el documento WO-98/39306. Los mencionados compuestos ya son conocidos a partir de la bibliografía y se pueden preparar también mediante otros procedimientos distintos de la reacción directa con ácido fosfórico. Un polifosfato de melamina se puede preparar, por ejemplo, de una manera análoga a la del documento WO-98/45364, mediante la reacción de un ácido polifosfórico y de melamina, o respectivamente de una manera análoga a la del documento WO-98/08898, mediante la condensación de fosfato de melamina o respectivamente de pirofosfato de melamina.

Conforme al invento, como agentes sinergistas se prefieren además ésteres oligoméricos del isocianurato de tris(hidroxietilo) con ácidos policarboxílicos aromáticos, isocianurato de tris(hidroxietilo), cianurato de melamina (p.ej. ®Melapur MC o ®Melapur MC XL de la entidad Ciba-DSM Melapur), y/o bases nitrogenadas en sus formas no protonadas.

- 5 Conforme al invento, como agentes sinergistas se prefieren además unos fosfatos nitrogenados de las fórmulas $(\text{NH}_4)_y\text{H}_{3-y}\text{PO}_4$ o respectivamente $(\text{NH}_4\text{PO}_3)_z$, con y igual a 1 hasta 3 y z igual a 1 hasta 10.000.

De manera preferida, en el caso de los compuestos nitrogenados se trata de los de las fórmulas (III) hasta (VIII) o de mezclas de éstos



- 10 en las que

R^5 hasta R^7 significan hidrógeno, alquilo de $\text{C}_1\text{-C}_8$, cicloalquilo o alquil-cicloalquilo de $\text{C}_5\text{-C}_{16}$, posiblemente sustituido con una función hidroxilo o con una función hidroxilo-alquilo de $\text{C}_1\text{-C}_4$, alqueno de $\text{C}_2\text{-C}_8$, alcoxi, acilo o aciloxi de $\text{C}_1\text{-C}_8$, arilo o aril-alquilo de $\text{C}_6\text{-C}_{12}$, $-\text{OR}^8$ y $-\text{N}(\text{R}^8)\text{R}^9$, así como con radicales alicíclicos con N o aromáticos con N,

- 15 R^8 significa hidrógeno, alquilo de $\text{C}_1\text{-C}_8$, cicloalquilo o alquil-cicloalquilo de $\text{C}_5\text{-C}_{16}$, posiblemente sustituido con una función hidroxilo o con una función hidroxilo-alquilo de $\text{C}_1\text{-C}_4$, alqueno de $\text{C}_2\text{-C}_8$, alcoxi, acilo o aciloxi de $\text{C}_1\text{-C}_8$, o arilo o aril-alquilo de $\text{C}_6\text{-C}_{12}$,

R^9 hasta R^{13} significan los mismos grupos que R^8 así como $-\text{O-R}^8$,

m y n independientemente uno de otro, significan 1, 2, 3 ó 4,

- 20 X significa unos ácidos, que pueden formar aductos con compuestos de triazina (III).

Conforme al invento, se prefieren también unas combinaciones sinérgicas de los fosfinatos mencionados con determinados compuestos nitrogenados, que en toda una serie de polímeros actúan más eficazmente como agentes ignífugantes que los fosfinatos a solas (documentos DE-A-196 14 424 A1 así como DE-A-197 34 437 y DE-A-197 37 727 A1).

- 25 De manera preferida, el agente sinergista procede también del conjunto de las carbodiimidas (p.ej. ®Stabaxol P de la entidad BASF), los poliisocianatos (p.ej. ®Basonat HI 100 o ®Vestanat T 1890/100), la carbonil-biscaprolactama (de la entidad Allinco) o los polímeros de estireno y compuestos acrílicos (®Joncryl ADR-4357 de la entidad Johnson).

Son preferidos también los agentes sinergistas tomados del conjunto de los fenoles impedidos estéricamente (p.ej. ®Hostanox OSP 1), los agentes fotoestabilizadores a base de aminas impedidas estéricamente (p.ej. ®Chimasorb 944, los tipos de Hostavin), los agentes antioxidantes a base de fosfonitos (p.ej. Sandostab® P-EPQ de la entidad Clariant) y los agentes de separación y desmoldeo (los tipos de Licomont de la entidad Clariant).

5 De manera preferida, en el caso de los agentes sinergistas se trata de ciertos compuestos de zinc, p.ej. óxido de zinc (p.ej. un óxido de zinc activo), hidróxido de zinc, un hidrato de óxido de zinc, carbonato de zinc anhidro, carbonato de zinc básico, hidróxido-carbonato de zinc, un hidrato de carbonato de zinc básico, silicato de zinc (básico), hexafluorosilicato de zinc, estannato de zinc, hidróxido-carbonato de zinc, magnesio y aluminio, hexafluorosilicato de zinc hexahidrato, sales de zinc de los oxoácidos del tercer grupo principal (del sistema
10 periódico de los elementos) tales como borato de zinc (p.ej. ®Firebrake ZB, 415 o 500 de la entidad Borax o ®Storflam ZBA de la entidad Storey), sales de zinc de los oxoácidos del cuarto grupo principal (p.ej. estannato e hidroxí-estannato de zinc), sales de zinc de los oxoácidos del quinto grupo principal tales como fosfato de zinc, pirofosfato de zinc, sales de zinc de los oxoácidos de los metales de transición, tales como cromato(VI)-hidróxido de zinc (amarillo de zinc), cromito de zinc, molibdatos de zinc (p.ej. ®Kemgard 911B, ®Kemgard 911C de la entidad
15 Sherwin-Williams Company), permanganato de zinc, molibdato de zinc-silicato de magnesio o permanganato de zinc o sulfuros de zinc.

De manera preferida, en el caso de los agentes sinergistas se trata también de los que tienen aniones orgánicos, tales como sales de zinc de ácidos mono-, di-, oligo- y policarboxílicos (sales del ácido fórmico (formiatos de zinc), del ácido acético (acetatos de zinc, acetato de zinc dihidrato, galzin), del ácido trifluoroacético (trifluoroacetato de zinc hidrato), propionato de zinc, butirato de zinc, valerato de zinc, caprilato de zinc, oleato de zinc, estearato de zinc, del ácido oxálico (oxalato de zinc), del ácido tartárico (tartrato de zinc), del ácido cítrico (citrato de zinc dihidrato tribásico), del ácido benzoico (benzoato), salicilato de zinc, del ácido láctico (lactato de zinc, lactato de zinc trihidrato), del ácido acrílico, del ácido maleico, del ácido succínico, de aminoácidos (glicina), de funciones hidroxí-ácidas (fenolatos de zinc), para-fenol-sulfonato de zinc, para-fenol-sulfonato de zinc hidrato, acetil-
20 acetonato de zinc hidrato, tannato de zinc, dimetil-ditiocarbamato de zinc o trifluorometano-sulfonato de zinc.

Además, unos agentes sinergistas preferidos son ciertos compuestos de magnesio, p.ej. hidróxido de magnesio, hidrotalcitas, carbonatos de magnesio o carbonatos de magnesio y calcio.

Además, unos compuestos sinergistas preferidos son ciertos compuestos de aluminio, p.ej. hidróxido o fosfato de aluminio.

30 Además, unos compuestos sinergistas preferidos son carbodiimidas, N,N'-diciclohexil-carbodiimida, poliisocianatos, carbonil-bis-caprolactama, polímeros de estireno y compuestos acrílicos, fenoles impedidos estéricamente, aminas impedidas estéricamente y fotoestabilizadores, fosfonitos, agentes antioxidantes y/o agentes de separación y desmoldeo.

De manera preferida, la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al
35 invento, tiene un tamaño medio de partículas de 100 a 2.000 µm, de manera especialmente preferida de 200 a 1.000 µm.

Un tamaño de partículas situado por encima del intervalo preferido dificulta la distribución uniforme de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento, y un tamaño de partículas situado por debajo del intervalo preferido dificulta la incorporación debido a una formación acrecentada de polvo y al
40 peligro de explosión.

Si una composición de agentes ignifugantes posee una densidad aparente situada por debajo del intervalo preferido conforme al invento, entonces, al realizar la producción de las masas de moldeo poliméricas ignifugadas mediante una extrusión, el aire, que está contenido en el material a granel en polvo, tiene que ser eliminado
45 constantemente. Esto se tiene que conseguir mediante una introducción por mezcladura correspondientemente lenta. Unas cantidades expulsadas o descargadas correspondientemente pequeñas de las masas de moldeo poliméricas son la consecuencia de esto. La cantidad expulsada o descargada se puede aumentar por medio de unas composiciones granuladas por compresión conformes al invento de agentes ignifugantes.

El tamaño medio de partículas de la sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, que se emplea como material de partida, y/o de sus polímeros es de 0,1 a 1.000 µm, de manera preferida de 1 a 100 µm.

50 La densidad aparente preferida de la sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, que se emplea conforme al invento como material de partida, y/o de sus polímeros es de 80 a 800 g/l, de manera especialmente preferida de 200 a 700 g/l.

El tamaño medio de partículas de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento, es de 100 a 2.000 µm, de manera preferida de 200 a 1.000 µm.

55 La densidad aparente de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento, es de 200 a 1.500 g/l, de manera preferida de 300 a 1.000 g/l.

Unas preferidas composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión conformes al invento, poseen una proporción de polvo (la porción con unos tamaños de partículas situados por debajo de 20 μm) de 0,1 a 10 % en peso, de manera preferida de 0,5 a 5 % en peso.

5 La humedad residual preferida de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento, es de 0,01 a 10 % en peso, de manera especialmente preferida de 0,1 a 1 % en peso.

Unas humedades residuales, situadas por encima de los intervalos preferidos conforme al invento, dan lugar a una degradación incrementada de los polímeros.

10 Las sales de ácidos (di)fosfínicos de las fórmulas (I) y/o (II), pulverulentas conformes al invento, y/o sus polímeros tienen, en agua y/o en los disolventes orgánicos usuales, una solubilidad preferida comprendida entre 0,001 y 10 % en peso.

15 Las sales de ácidos (di)fosfínicos de las fórmulas (I) y/o (II), pulverulentas conformes al invento, y/o sus polímeros tienen unos valores cromáticos de L preferidos de 85 a 99,9, de manera especialmente preferida de 90 a 98. Una sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o sus polímeros, con unos valores de L situados por debajo del intervalo conforme al invento, requieren un más elevado empleo de pigmentos blancos. Éste empeora las propiedades mecánicas de estabilidad del cuerpo moldeado polimérico (p.ej. el módulo E).

Las sales de ácidos (di)fosfínicos de las fórmulas (I) y/o (II), pulverulentas conformes al invento, y/o sus polímeros tienen unos valores cromáticos de a preferidos de -4 a +9, de manera especialmente preferida de -2 a +6.

Las sales de ácidos (di)fosfínicos de las fórmulas (I) y/o (II), pulverulentas conformes al invento, y/o sus polímeros tienen unos valores cromáticos de b preferidos de -2 a +6, de manera especialmente preferida de -1 a +3.

20 Los valores cromáticos se indican en el sistema según Hunter (sistema CIE-LAB, Commission Internationale d'Eclairage = Comisión Internacional de Iluminación). Los valores cromáticos de L van desde 0 (negro) hasta 100 (blanco), los valores cromáticos de a van desde -a (verde) hasta +a (rojo) y los valores cromáticos de b van desde -b (azul) hasta +b (amarillo).

25 Las sales de ácidos (di)fosfínicos de las fórmulas (I) y/o (II), pulverulentas conformes al invento, y/o sus polímeros, con unos valores de a o respectivamente de b situados fuera del intervalo conforme al invento, requieren el empleo de una cantidad más alta de pigmentos blancos. Ésta empeora las propiedades mecánicas de estabilidad del cuerpo moldeado polimérico (p.ej. el módulo E).

La composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, conforme al invento, contiene:

- 30 a) de 50 a 98 % en peso de una sal de ácido fosfínico de la fórmula (I) y/o de una sal de ácido difosfínico de la fórmula (II) y/o de sus polímeros
b) de 2 a 50 % de un fosfinato de zinc fusible.

De manera especialmente preferida, la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento, contiene:

- 35 a) de 95 a 60 % en peso de una sal de ácido fosfínico de la fórmula (I) y/o de una sal de ácido difosfínico de la fórmula (II) y/o de sus polímeros
b) de 5 a 40 % de un fosfinato de zinc fusible.

De manera especialmente preferida, la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento, contiene:

- 40 a) de 8 a 90 % en peso de una sal de ácido fosfínico de la fórmula (I) y/o de una sal de ácido difosfínico de la fórmula (II) y/o de sus polímeros
b) de 2 a 50 % de un fosfinato de zinc fusible
c) de 8 a 90 % en peso de por lo menos un agente sinergista.

De manera especialmente preferida, la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, conforme al invento, contiene:

- 45 a) de 10 a 85 % en peso de una sal de ácido fosfínico de la fórmula (I) y/o de una sal de ácido difosfínico de la fórmula (II) y/o de sus polímeros
b) de 5 a 40 % de un fosfinato de zinc fusible
c) de 10 a 85 % en peso de por lo menos un agente sinergista.

Las composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión, con unos contenidos de fósforo situados por debajo del intervalo conforme al invento, no pueden alcanzar la deseada clasificación según la norma UL-94 en el caso de su uso en unas masas de moldeo poliméricas ignifugadas y/o en otros polímeros.

5 El invento se refiere también a un procedimiento para la producción de composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión, el cual está caracterizado porque la sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o sus polímeros se mezclan en común con el fosfinato de zinc fusible y eventualmente con otras sustancias adicionales, en particular con agentes sinergistas, durante 0,01 a 1 hora(s) a 50 hasta 300°C, y luego se compactan para formar el granulado comprimido.

10 Expresado de otra manera, la sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o sus polímeros se consolidan con el fosfinato de zinc fusible, empleándose unas presiones de compresión de 0,1 kN/cm² a 100 kN/cm², de manera preferida de 1 kN/cm² a 60 kN/cm².

De manera preferida, la sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o sus polímeros y/o el agente sinergista se mezclan con el fosfinato de zinc fusible, y se granulan por compresión.

15 En una forma de realización, la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, conforme al invento, se puede preparar mediante el recurso de que el fosfinato de zinc fusible se añade en una forma sólida o líquida, en un aparato mezclador apropiado, al agente ignifugante orgánico de fósforo en movimiento, o a una mezcla en movimiento del agente ignifugante orgánico de fósforo y del agente sinergista, y se mezcla durante 0,01 hasta 1 hora(s) a 50 hasta 300°C.

Unos aparatos mezcladores adecuados pueden ser:

20 unos tipos de mezcladores de reja de arado de las entidades Lödige (de los tipos ®M5 o ®M20), Telschig Verfahrenstechnik GmbH, o Minox (de los tipos ®PSM 10 hasta 10000), unos mezcladores de ranura anular y de capa anular de las entidades Lödige (p.ej. de los tipos ®CB30, ®CB Konti-Mischer), Niro (del tipo ®HEC), Drais/Mannheim (p.ej. del tipo ®K-TTE4), un mezclador intensivo de la entidad Eirich (p.ej. de los tipos ®R02, ®R 12, ®DE 18, ®Evactherm), unos mezcladores de paletas planas con doble árbol de la entidad Eirich, unos mezcladores de caída libre de las entidades Telschig Verfahrenstechnik GmbH (del tipo ®WPA6) o Hauf, unos mezcladores en zigzag de la entidad Niro, unos mezcladores cónicos de tornillo sinfín de la entidad Nauta, en los cuales el material mezclado es recirculado según el principio de Arquímedes a través de un tornillo sinfín, unas máquinas mezcladoras planetarias de la entidad Hobart, unos mezcladores de doble cono de la entidad Telschig Verfahrenstechnik GmbH, unos mezcladores de lecho fluido de la entidad Telschig Verfahrenstechnik GmbH, unos mezcladores con chorros de aire de la entidad Telschig Verfahrenstechnik GmbH, unos mezcladores con atomización de la entidad Telschig Verfahrenstechnik GmbH, unos mezcladores basculantes o de contenedores, p.ej. de la entidad Thyssen Henschel Industrietechnik GmbH, unos mezcladores con refrigeración de las entidades Papenmeier o Thyssen Henschel Industrietechnik GmbH, o unos tipos de mezcladores Flexomix de la entidad Schugi.

35 De manera preferida, en el caso de la granulación por compresión se trata de una compactación con rodillos.

De manera preferida, el agente ignifugante orgánico de fósforo y/o el agente sinergista y el fosfinato de zinc fusible se mezclan, se compactan con rodillos, se machacan y se clasifican.

40 De manera preferida, el agente ignifugante orgánico de fósforo y/o el agente sinergista y el fosfinato de zinc fusible se mezclan, se compactan con rodillos, se machacan, se clasifican y, después de esto, se revisten o se secan, o respectivamente, después de esto, se secan y se revisten.

45 En el caso de la compactación con rodillos, el material de partida pulverulento se añade dosificadamente entre dos rodillos, que introducen el material y lo consolidan o respectivamente compactan. En este caso, las partículas de materiales sólidos se enganchan unas con otras mediante acción de una presión exterior. El material compactado primario es una plancha, o respectivamente un cuerpo moldeado. Cuando los rodillos están estructurados en relieve, éste se compone p.ej. de trozos en forma de cigarros.

50 Puesto que en el caso de la compactación con rodillos, la superficie de apoyo de los rodillos, y por consiguiente la presión eficaz, no están particularmente bien definidas, aquí se indica la fuerza de prensado lineal. Ésta es la fuerza, que actúa por cm de longitud de los rodillos de compactación. En el caso de la compactación con rodillos, se emplea de manera preferida una fuerza de prensado lineal de 1 hasta 50 kN/cm. De manera especialmente preferida, en el caso de la compactación con rodillos se emplea una fuerza de prensado lineal de 2 hasta 30 kN/cm. La compactación con rodillos se efectúa de manera preferida a 10 hasta 300°C.

55 Unos equipos preferidos para la compactación con rodillos son unos compactadores de las entidades Hosokawa-Bepex GmbH (®Pharmapaktor), Alexanderwerk (®WP 120 x 40 V, ®WP 170 x 120 V, ®WP 200 x 75 VN, ®WP 300 x 100 V) y unas prensas de rodillos de la entidad Köppern.

De manera preferida, al realizar la compactación con rodillos se puede renunciar a otros agentes coadyuvantes de compactación que no tienen ningún efecto ignifugante propio.

De manera preferida, al realizar la compactación con rodillos también se pueden emplear unas cantidades secundarias (de 0,1 a 10 %) de otros agentes coadyuvantes de compactación que no tienen ningún efecto ignífugo propio.

5 De manera preferida, en el caso de los adicionales agentes coadyuvantes de compactación, que son empleables conforme al invento, se trata de compuestos alcoxilados de alquilo con 8 a 22 átomos de C y de 1 a 80 unidades de OE (acrónimo de "óxido de etileno") por cada mol del alcohol. Entre los compuestos alcoxilados de alquilo se emplean de manera preferida unos alcoholes etoxilados, de manera preferida unos alcoholes primarios, preferiblemente con 8 a 22 átomos de C y de manera preferida de 1 a 80 unidades de OE por cada mol del alcohol, siendo el radical del alcohol lineal o de manera preferida ramificado con metilo en la posición 2, o conteniendo radicales lineales y ramificados con metilo en la mezcla, tal como es el caso usualmente en los radicales de oxalcoholes. A los alcoholes etoxilados preferidos pertenecen, por ejemplo, unos alcoholes de C₁₁ con 3, 5, 7, 8 y 10 unidades de OE, unos alcoholes de C₁₂-C₁₅ con 3, 6, 7, 8, 10 y 13 unidades de OE, unos alcoholes de C₁₄-C₁₅ con 4, 7 y 8 unidades de OE, unos alcoholes de C₁₆-C₁₈ con 8, 11, 15, 20, 25, 50 y 80 unidades de OE y unas mezclas de los mismos, tales como p.ej. de los tipos ®Genapol T80, T110, T150, T200, T250, T500, T800 de la entidad Clariant GmbH. Los grados de etoxilación indicados constituyen unos valores medios estadísticos, que para un producto especial pueden ser un número entero o fraccionario. Adicionalmente a éstos, también se pueden emplear unos aductos de alcoholes grasos y de OE/OP (OP = óxido de propileno).

De manera preferida, en el caso del agente coadyuvante de compactación se trata de caprolactama y/o de fosfato de trifenilo.

20 De manera preferida, en el caso del agente coadyuvante de compactación se trata de etilenglicol, propilenglicol y/o butilenglicol, de sus oligómeros y/o polímeros y/o de sus éteres. Además, se prefieren unos poli(etilenglicol)es H(OCH₂CH₂O)_nOH con unas masas moleculares de 500 a 40.000. Se prefieren especialmente los tipos ®PEG 600, 800, 1000, 1500, 2000, 3000, 4000, 6000, 8000, 10000, 12000, 20000, 35000. Se prefieren además unos poli(etilenglicol)-monoalquil-éteres, unos poli(etilenglicol)-monoalil-éteres y unos poli(etilenglicol)-monovinil-éteres.

25 De manera preferida, en el caso de los agentes coadyuvantes de compactación se trata de unas ceras naturales, modificadas químicamente y/o sintéticas; de manera preferida se trata de ceras de carnauba y de ceras montánicas. Las ceras montánicas para la elaboración de materiales sintéticos son los agentes de deslizamiento y agentes de separación internos para la elaboración de un poli(cloruro de vinilo), de poliolefinas, de una poliamida, de un poliestireno, de poliésteres lineales, de un poliuretano termoplástico, de masas de moldeo endurecibles y de otros materiales sintéticos. Ellas son los productos de transformación de la refinación de una cera montánica en bruto, que se obtiene mediante extracción de lignito. Ellas constituyen unos ácidos carboxílicos de cadenas largas, con unas longitudes de las cadenas de C₂₈-C₃₂, sus ésteres totales y parciales con etilenglicol, glicerol, butilenglicol, y ciertas sales de metales alcalinos de ésteres parcialmente hidrolizados, p.ej. ®Licowax E, ®Licowax WE 4 y ®Licowax OP.

35 Las ceras de polietileno se adecuan para el sector de los polímeros (PVC, caucho vulcanizado o poliolefinas), p.ej. ®Licowax PE 520, ®Licowax PE 810, ®Licowax PE 820, ®Licowax Pe 830, ®Licowax PE 840, ®Licomont CaV, ®Licolub WE4, Ceridust 5551.

40 De manera preferida, en el caso de los agentes coadyuvantes de compactación se trata también de resinas sintéticas, de manera preferida de resinas fenólicas. Se prefieren además resinas sintéticas, por este concepto, de acuerdo con la norma DIN 55958, se entienden unas resinas sintéticas, que son preparadas mediante reacciones de polimerización, poliadición o policondensación. El concepto de materiales termoestables constituye una denominación colectiva para todos los materiales sintéticos, que son producidos a partir de resinas endurecibles. Entre los materiales termoestables se cuentan resinas epoxídicas, poliuretanos, resinas fenólicas, resinas de melamina, así como resinas de poliésteres insaturados. Una resina fenólica preferida es p.ej. el tipo 28391 de la entidad Durez.

45 El cuerpo de material sólido (el trozo), que se forma, se desmenuza por medios mecánicos mediante una machacadura para formar unos granos, que son clasificados. De esta manera se ajusta óptimamente el tamaño de granos. El producto clasificado (el grano bueno) constituye la composición de agentes ignífugantes, compactada con rodillos conforme al invento.

50 Para la molienda se apropian por ejemplo molinos de martillos, molinos de chorros, molinos oscilantes, molinos de bolas, molinos de rodillos y molinos de rodillos pendulantes de la entidad Neuman & Esser así como molinos de chorros de aire tales como los tipos de la entidad Hosokawa-Alpine. Como clasificación sirven una clasificación neumática y/o un tamizado. Para el tamizado pueden servir p.ej. unos tamices de las entidades Allgeier, Rhewum o Locker.

55 Facultativamente, se pueden añadir sustancias coadyuvantes de la molienda.

Un tal granulado comprimido, en contraposición con un aglomerado de masa fundida, tiene la ventaja de que se requiere una cantidad menor del agente coadyuvante de compactación. Tales agentes coadyuvantes son designados en el caso de la aglomeración de una masa fundida como agentes aglutinantes.

Sorprendentemente, se ha encontrado que las composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión conformes al invento, muestran un muy buen comportamiento de distribución en el material sintético.

5 Un adicional procedimiento preferido de granulación por compresión es la extrusión. La consolidación de los materiales de partida de granos finos se efectúa en unas matrices (de 2 ejes) y mediante una expulsión como un cordón. Esto requiere en el interior una determinada región del ángulo de fricción con las paredes o respectivamente de las propiedades de deslizamiento. El cordón se descompone sin ninguna medida adicional para formar unos cilindros de diferentes longitudes, o se efectúa un desmoronamiento con cuchillos.

De manera preferida, el agente ignifugante orgánico de fósforo y/o el agente sinergista y el fosfinato de zinc fusible son mezclados y extrudidos y luego eventualmente son secados y/o revestidos.

10 De manera preferida, el agente ignifugante orgánico de fósforo y/o el agente sinergista y el fosfinato de zinc fusible son mezclados, extrudidos, machacados y clasificados, y luego eventualmente revestidos.

De manera preferida, el agente ignifugante orgánico de fósforo y/o el agente sinergista y el fosfinato de zinc fusible son mezclados, extrudidos, machacados, clasificados y secados.

15 De manera preferida, el agente ignifugante orgánico de fósforo y/o el agente sinergista y el fosfinato de zinc fusible son mezclados, extrudidos, machacados, clasificados, secados y revestidos.

La extrusión se efectúa de manera preferida a 10 hasta 500°C.

20 Para esto se prefieren unas prensas de granulación de la entidad Kahl (p.ej. del tipo de prensas @24-390/500), unas prensas de nodulización de la entidad Schlüter (de los tipos @PP 85, PP 127, PP 200, PP 360), el granulador Benchtop de la entidad Fitzpatrick, unas extrusoras de dos husillos o de dobles husillos de la entidad Leistritz (de los tipos @ZSE 27 / 40 / 50 / 60 / 75 / 100 / 135, ZSE 27 HP / 40 / 50 / 60 / 75 / 87), unas extrusoras de laboratorio de la entidad Leistritz (tipos @MICRO 18/27), unas extrusoras de un solo husillo de la entidad Leistritz (de los tipos @ESE 30 / 40 / 50 / 60 / 70 / 80 / 90 / 120 / 150 / 200), unos granuladores de anillo de agua etc., y un compactador circular (un molino de muelas verticales).

25 De manera preferida, al realizar la extrusión se pueden emplear también unas cantidades secundarias (hasta de 10 %) de unos agentes coadyuvantes de compactación sin ningún efecto ignifugante propio.

Un procedimiento adicional preferido es el tableteado y briqueteado, que se basa en la consolidación de unos productos de granos finos en matrices con 2 estampas o en rodillos de cojines para formar tabletas o briquetas.

30 De manera preferida, el agente ignifugante orgánico de fósforo y/o el agente sinergista y el fosfinato de zinc fusible son mezclados, tableteados o briqueteados, machacados y clasificados, y luego eventualmente secados y/o revestidos.

Para esto se prefieren unas prensas de cubos de la entidad Bühler (@KUBEX moldelos DPGC 900.178, DPGC 900.228) o unas prensas de rodillos de la entidad Köppern.

35 De manera preferida, al realizar el tableteado/briqueteado se pueden emplear también unas cantidades secundarias (hasta de 10 %) del conjunto de los agentes coadyuvantes de compactación sin ningún efecto ignifugante propio.

El tableteado/briqueteado se efectúa de manera preferida a 10 hasta 300°C.

40 La composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, se puede secar o respectivamente atemperar en un aparato secador apropiado. Los aparatos secadores conformes al invento pueden ser: unos secadores de lecho fluido de la entidad Hosokawa Schugi (tipos: Schugi @Fluid-Bed, un aparato secador de lecho fluido @Vometec), unos secadores de lecho turbulento de la entidad Waldner o respectivamente de la entidad Glatt, unos turbo-secadores de capa volante de la entidad Waldner, unos secadores de centrifugación y evaporación súbita (@Spin-flash) de la entidad Anhydro, así como unos secadores de tambor.

Unas condiciones de funcionamiento preferidas en el secador de lecho fluido son: una temperatura de entrada del aire de 120-180°C y una temperatura del producto de 20 a 200°C.

45 La humedad remanente de la composición de agentes ignifugantes, compactada conforme al invento (la humedad residual) es de 0,01 a 10 %, de manera preferida de 0,05 a 1 %.

Facultativamente, la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento, puede ser también revestida.

50 Los agentes de revestimiento preferidos se escogen entre el conjunto que se compone de los agentes inhibidores de la difusión, los agentes de deslizamiento y/o los agentes de separación o desmoldeo.

El revestimiento se efectúa de manera preferida en uno de los órganos de mezcla y/o desecación expuestos, añadiéndose el agente de revestimiento y mezclándolo durante 0,01 hasta 1 hora(s) a 50 hasta 300°C.

El invento se refiere también a una masa de moldeo polimérica ignifugada, que contiene la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento.

De manera preferida, la masa de moldeo polimérica ignifugada contiene
de 1 a 50 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,
5 de 1 a 99 % en peso de un polímero termoplástico o de mezclas de polímeros de este tipo.

De manera preferida, la masa de moldeo polimérica ignifugada contiene
de 1 a 50 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,
de 1 a 99 % en peso de un polímero termoplástico o de mezclas de polímeros de este tipo,
de 0,1 a 60 % en peso de unos aditivos,
10 de 0,1 a 60 % en peso de un material de carga o respectivamente de materiales de refuerzo.

De manera especialmente preferida, la masa de moldeo polimérica ignifugada contiene
de 5 a 30 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,
de 5 a 90 % en peso de un polímero termoplástico o de mezclas de polímeros de este tipo,
de 5 a 40 % en peso de unos aditivos
15 de 5 a 40 % en peso de un material de carga o respectivamente de unos materiales de refuerzo.

La humedad residual preferida de las masas de moldeo ignifugadas conformes al invento es de 0,01 a 10 % en peso, de manera especialmente preferida es de 0,1 a 1 %.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de polímeros de mono- y diolefinas, por ejemplo, un polipropileno, un poliisobutileno, un poli(buteno-1), un poli-(4-metil-penteno-1), un poliisopreno o un polibutadieno, así como de polímeros de cicloolefinas tales como p.ej. ciclopenteno o norborneno; además un polietileno (que eventualmente puede estar reticulado), p.ej. un polietileno de alta densidad (HDPE), un polietileno de alta densidad y de alta masa molecular (HDPE-HMW), un polietileno de alta densidad y de ultra alta masa molecular (HDPE-UHMW), un polietileno de mediana densidad (MDPE), un polietileno de baja densidad (LDPE), un polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), un polietileno ramificado de baja densidad (VLDPE), así como mezclas de éstos.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de copolímeros de mono- y diolefinas unas con otras o con otros monómeros vinílicos, tales como p.ej. copolímeros de etileno y propileno, un polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) y mezclas del mismo con un polietileno de baja densidad (LDPE), copolímeros de propileno y buteno-1, copolímeros de propileno e isobutileno, copolímeros de etileno y buteno-1, copolímeros de etileno y hexeno, copolímeros de etileno y metil-penteno, copolímeros de etileno y hepteno, copolímeros de etileno y octeno, copolímeros de propileno y butadieno, copolímeros de isobutileno e isopreno, copolímeros de etileno y un acrilato de alquilo, copolímeros de etileno y un metacrilato de alquilo, copolímeros de etileno y acetato de vinilo y sus copolímeros con monóxido de carbono, o copolímeros de etileno y ácido acrílico y sus sales (ionómeros), así como terpolímeros de etileno con propileno y un dieno, tales como hexadieno, dicitlopentadieno o etiliden-norborneno; además mezclas de tales copolímeros y polímeros, p.ej. mezclas de un polipropileno y de copolímeros de etileno y propileno, mezclas de LDPE's y de copolímeros de etileno y acetato de vinilo, mezclas de LDPE's y de copolímeros de etileno y ácido acrílico, mezclas de LLDPE's y de copolímeros de etileno y acetato de vinilo, mezclas de LLDPE's y de copolímeros de etileno y ácido acrílico, y mezclas de polialquilenos y de copolímeros de monóxido de carbono estructurados de manera alternante o estadística, y sus mezclas con otros polímeros tales como p.ej. poliamidas.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas de hidrocarburos (p.ej. de C₅-C₉) inclusive modificaciones hidrogenadas de éstas (p.ej. resinas que confieren pegajosidad) y mezclas de polialquilenos y almidones.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de un poliestireno, de un poli-(p-metil-estireno) o de un poli-(alfa-metil-estireno).

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de copolímeros de estireno o de alfa-metil-estireno con dienos o derivados acrílicos, tales como p.ej. los de estireno y butadieno, los de estireno y acrilonitrilo, los de estireno y metacrilatos de alquilo, los de estireno, butadieno y acrilatos y metacrilatos de alquilo, los de estireno y anhídrido de ácido maleico, los de estireno, acrilonitrilo y acrilato de metilo; mezclas de copolímeros de estireno con una alta tenacidad al impacto (resistencia a los golpes) a base de copolímeros de estireno y de otro polímero distinto, tales como p.ej. de un poli-acrilato, de un polímero de un dieno o de un terpolímero de etileno, propileno y un dieno; así como copolímeros de bloques del estireno, tales como p.ej. los de estireno - butadieno - estireno, los de estireno - isopreno - estireno, los de estireno - etileno/ butileno - estireno, o los de estireno - etileno/propileno - estireno.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de copolímeros por injerto de estireno o de alfa-metil-estireno, tales como p.ej. los de estireno sobre un polibutadieno, los de estireno sobre copolímeros de polibutadieno y estireno, o copolímeros de polibutadieno y acrilonitrilo, los de estireno y acrilonitrilo (o respectivamente metacrilonitrilo) sobre un polibutadieno; los de estireno, acrilonitrilo y metacrilato de metilo sobre un polibutadieno; los de estireno y anhídrido de ácido maleico sobre un polibutadieno; los de estireno, acrilonitrilo y anhídrido de ácido maleico o imida de ácido maleico sobre un polibutadieno; los de estireno e imida de ácido maleico sobre un polibutadieno, los de estireno y acrilatos de alquilo o respectivamente metacrilatos de alquilo sobre un polibutadieno, los de estireno y acrilonitrilo sobre terpolímeros de etileno, propileno y un dieno, los de estireno y acrilonitrilo sobre poli(acrilatos de alquilo) o poli(metacrilatos de alquilo), los de estireno y acrilonitrilo sobre copolímeros de acrilatos y butadieno, así como sus mezclas, tales como los que se conocen p.ej. como los denominados polímeros de ABS, MBS, ASA o AES.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros halogenados, tales como p.ej. un policloropreno, un caucho clorado, un copolímero clorado y bromado a base de isobutileno e isopreno (un caucho halobutílico), un polietileno clorado o clorosulfonado, copolímeros de etileno y de etileno clorado, homo- y copolímeros de epiclohidrina, en particular polímeros a base de compuestos vinílicos halogenados, tales como p.ej. un poli(cloruro de vinilo), un poli(cloruro de vinilideno), un poli(fluoruro de vinilo), un poli(fluoruro de vinilideno), así como sus copolímeros, tales como los de cloruro de vinilo y de cloruro de vinilideno, los de cloruro de vinilo y de acetato de vinilo o los de cloruro de vinilideno y de acetato de vinilo.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros, que se derivan de ácidos insaturados en alfa, beta y de sus derivados, tales como poli(acrilatos) y poli(metacrilatos), poli(metacrilatos de metilo), poli(acrilamidas) y poli(acrilonitrilos) que se han modificado con acrilato de butilo para ser resistentes a los golpes, y copolímeros de los mencionados monómeros unos con otros o con otros monómeros insaturados, tales como p.ej. copolímeros de acrilonitrilo y butadieno, copolímeros de acrilonitrilo y acrilatos de alquilo, copolímeros de acrilonitrilo y acrilatos de alcoxilalquilo, copolímeros de acrilonitrilo y halogenuros de vinilo, o terpolímeros de acrilonitrilo, metacrilatos de alquilo y butadieno.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros, que se derivan de alcoholes y de aminas insaturados/as o respectivamente de sus derivados acílicos o acetales, tales como un poli(alcohol vinílico), un poli(acetato, estearato, benzoato o maleato de vinilo), un poli(vinil-butiral), un poli(ftalato de alilo), una poli(alil-melamina); así como sus copolímeros con las olefinas antes mencionadas.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de homo- y copolímeros de éteres cíclicos, tales como poli(alquilen-glicoles), un poli(óxido de etileno), un poli(óxido de propileno) o sus copolímeros con bis-glicidil-éteres.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poliacetales, tales como un poli(oximetileno), así como los poli(oximetilenos) que contienen unos comonómeros, tales como p.ej. óxido de etileno; de unos poliacetales que han sido modificados con poliuretanos termoplásticos, acrilatos o un MBS.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poli(óxidos y sulfuros de fenileno) y sus mezclas con polímeros de estireno o poliamidas.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poliuretanos, que se derivan de poliéteres, poliésteres y poli(butadienos) con grupos hidroxilo situados en los extremos, por una parte, y de poliisocianatos alifáticos o aromáticos, por otra parte, así como sus productos precursores.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poliamidas y copoliamidas, que se derivan de diaminas y ácidos dicarboxílicos y/o de ácidos amino-carboxílicos o de las correspondientes lactamas, tales como una poliamida 4, una poliamida 6, una poliamida 6/6, 6/10, 6/9, 6/12, 4/6, 12/12, una poliamida 11, una poliamida 12, poliamidas aromáticas que parten de m-xileno, una diamina y ácido adipico; unas poliamidas, preparadas a partir de hexametilen-diamina y de los ácidos iso- y/o tereftálico y eventualmente de un elastómero como agente modificador, p.ej. una poli(2,4,4-trimetil-hexametilen-tereftalamida) o una poli(m-fenilen-isoftalamida). De copolímeros de bloques de las poliamidas precedentemente mencionadas con poliolefinas, copolímeros de olefinas, ionómeros o elastómeros combinados químicamente o injertados; o con poliéteres, tales como p.ej. con un poli(etilenglicol), un poli(propilenglicol) o un poli(tetrametilenglicol). Además, de poliamidas o copoliamidas modificadas con un EPDM o un ABS; así como de poliamidas condensadas durante la elaboración ("sistemas de poliamidas para RIM").

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poliureas, poliimididas, poli(amida-imidas), poli(éter-imidas), poli(éster-imidas), poli(hidantoínas) y poli-(bencimidazoles).

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poliésteres, que se derivan de ácidos dicarboxílicos y de dialcoholes y/o de ácidos hidroxicarboxílicos o de las correspondientes lactonas, tales como un poli(tereftalato de etileno), un poli(tereftalato de butileno), un poli(tereftalato de 1,4-dimetilol-ciclohexano), poli(hidroxi-benzoatos), así como de poli(éter-ésteres) de bloques, que se derivan de poliéteres con grupos hidroxilo situados en los extremos; además de poliésteres modificados con policarbonatos o con un MBS.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de policarbonatos y poli(éster-carbonatos).

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de polisulfonas, poli(éter-sulfonas) y poli(éter-cetonas).

5 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de polímeros reticulados, que se derivan de aldehídos, por una parte, y de fenoles, urea o melamina, por otra parte, tales como resinas de fenol y formaldehído, de urea y formaldehído y de melamina y formaldehído;

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas alquídicas secantes y no secantes.

10 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas de poliésteres insaturados, que se derivan de copoliésteres de ácidos dicarboxílicos saturados e insaturados con alcoholes plurivalentes, así como de compuestos vinílicos como agentes de reticulación, así como también de sus modificaciones halogenadas, difícilmente combustibles.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas acrílicas reticulables, que se derivan de ésteres sustituidos de ácido acrílico, tales como p.ej. epoxi-acrilatos, uretano-acrilatos o poliéster-acrilatos.

15 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas alquídicas, resinas de poliésteres y resinas de acrilatos, que están reticuladas con resinas de melamina, resinas de urea, isocianatos, isocianuratos, poliisocianatos o resinas epoxídicas.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas epoxídicas reticuladas, que se derivan de compuestos glicidílicos alifáticos, cicloalifáticos, heterocíclicos o aromáticos, p.ej. productos de bisfenol-A-diglicidil-éteres, de bisfenol-F-diglicidil-éteres, que se reticulan por medio de agentes endurecedores usuales, tales como p.ej. anhídridos o aminas con o sin agentes aceleradores.

20 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de polímeros naturales tales como una celulosa, un caucho natural, gelatinas, así como de sus derivados homólogos poliméricos, que han sido modificados químicamente, tales como acetatos, propionatos y butiratos de celulosa, o respectivamente los éteres de celulosa, tales como una metil-celulosa; así como resinas de colofonia y sus derivados.

25 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de mezclas preparadas (en inglés polyblends) de los polímeros antes mencionados, tales como p.ej. las de un PP y un EPDM, las de una poliamida y un EPDM o ABS, las de un PVC y un EVA, las de un PVC y un ABS, las de un PVC y un MBS, las de un PC y un ABS, las de un PBTP y un ABS, las de un PC y un ASA, las de un PC y un PBT, las de un PVC y un CPE, las de un PVC y acrilatos, las de un POM y un PUR termoplástico, las de un PC y un PUR termoplástico, las de un POM y un acrilato, las de un POM y un MBS, las de un PPO y un HIPS, las de un PPO y una PA 6.6 y sus copolímeros, las de una PA y un HDPE, las de una PA y un PP, las de una PA y un PPO, las de un PBT, un PC y un ABS o las de un PBT, un PET y un PC.

30 El invento se refiere también a un procedimiento para la preparación de masas de moldeo poliméricas ignífugas, el cual está caracterizado porque las composiciones de agentes ignífugantes conformes al invento, se mezclan eventualmente con otros aditivos, y se introducen en un equipo de composición a través de una entrada lateral, y se homogeneizan a temperaturas elevadas en la masa fundida polimérica, y a continuación se retira el cordón polimérico homogeneizado, se enfría, se porciona y/o se seca.

35 De manera preferida, el equipo de composición procede del conjunto que se compone de las extrusoras de un sólo árbol, husillos de múltiples zonas o extrusoras de doble husillo. De manera preferida, las temperaturas de elaboración

40 en el caso de un poliestireno son de 170 a 200°C,

en el caso de un polipropileno son de 200 a 300°C,

en el caso de un poli(tereftalato de etileno) (PET) son de 250 a 290°C,

en el caso de un poli(tereftalato de butileno) (PBT) son de 230 a 270°C,

en el caso de una poliamida 6 (PA 6) son de 260 a 290°C,

45 en el caso de una poliamida 6.6 (PA 6.6) son de 260 a 290°C,

en el caso de un policarbonato son de 280 a 320°C.

De manera preferida, la longitud eficaz de los husillos (L) de la extrusora (del equipo de composición) en múltiplos del diámetro de los husillos (D) es de 4 a 200 D, de manera preferida de 10 a 50 D.

50 Unos equipos de composición, que son empleables conforme al invento, son unas extrusoras de un sólo árbol o respectivamente unas extrusoras de un sólo husillo p.ej. de la entidad Berstorff GmbH, Hannover, Alemania, y o de la entidad Leistritz, Nuremberg, Alemania.

Unos equipos de composición, que son empleables conforme al invento, son unas extrusoras de husillos de múltiples zonas con husillos de tres zonas y/o husillos de compresión breve.

5 Unos equipos de composición, que son empleables conforme al invento, son también unas co-amasadoras p.ej. de la entidad Coperion Buss Compounding Systems, CH-Pratteln (Suiza), p.ej. la @MDK/E46-11D y/o una amasadora de laboratorio (@MDK 46 de la entidad Buss, Suiza, con L = 11D).

Unos equipos de composición, que son empleables conforme al invento, son unas extrusoras de doble husillo p.ej. de la entidad Coperion Werner & Pfeleiderer GmbH & Co. KG, de Stuttgart, Alemania (@ZSK 25, ZSK 30, ZSK 40, ZSK 58, ZSK MEGAcoumpounder 40, 50, 58, 70, 92, 119, 177, 250, 320, 350, 380) y/o de la entidad Berstorff GmbH, de Hannover, y/o de la entidad Leistritz Extrusionstechnik GmbH, de Nuremberg.

10 Unos equipos de composición, que son empleables conforme al invento, son unas extrusoras anulares, p.ej. de la entidad 3+Extruder GmbH, de Laufen, Alemania, con un anillo de tres a doce pequeños husillos, que giran alrededor de un núcleo estático y/o una extrusora de rodillos planetarios p.ej. de la entidad Entex, de Bochum, Alemania, y/o unas extrusoras con desgasificación y/o unas extrusoras de cascada y/o unos tornillos sinfín de Maillefer.

15 Unos equipos de composición, que son empleables conforme al invento, son unos aparatos de composición y formulación con dos tornillos sinfín que giran en sentidos opuestos, p.ej. de los tipos Compex 37 o respectivamente 70 de la entidad Krauss-Maffei Berstorff.

Unas longitudes eficaces de los husillos conformes al invento en el caso de las extrusoras de un sólo árbol o respectivamente en el caso de las extrusoras de un sólo husillo son de 20 hasta 40 D.

20 Unas longitudes eficaces de los husillos conformes al invento (L) en el caso de las extrusoras de husillos de múltiples zonas son p.ej. de 25 D con una zona de entrada (L = 10 D), una zona de transición (L = 6 D) y una zona de expulsión (L = 9 D).

Unas longitudes eficaces de los husillos conformes al invento en el caso de las extrusoras de doble husillo son las de 8 hasta 48 D.

25 La masa de moldeo polimérica ignifugada se presenta preferiblemente en una forma granulada (una composición). El granulado tiene preferiblemente una forma cilíndrica con una superficie de base circular, elíptica o irregular, una forma esférica, una forma de cojín, una forma cúbica, una forma paralelepípedica o una forma prismática.

30 La relación de la longitud al diámetro del granulado es de 1 por 50 hasta 50 por 1, de manera preferida de 1 por 5 hasta 5 por 1.

El granulado tiene de manera preferida un diámetro de 0,5 a 15 mm, de manera especialmente preferida de 2 a 3 mm, y de manera preferida una longitud de 0,5 a 15 mm, de manera especialmente preferida de 2 a 5 mm. El granulado obtenido se seca p.ej. durante 10 h a 90°C en un horno de aire circulante.

35 El invento se refiere finalmente también a unos cuerpos moldeados, unas películas, unos hilos y unas fibras de polímeros, que contienen la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión conforme al invento.

En el caso del polímero de los cuerpos moldeados, las películas, los hilos y las fibras de polímeros se trata de un polímero termoplástico o termoestable.

De manera preferida, los cuerpos moldeados, las películas, los hilos y las fibras de polímeros contienen de 1 a 70 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,

40 de 1 a 99 % en peso de un polímero o de mezclas de polímeros de este tipo,

De manera preferida, los cuerpos moldeados, las películas, los hilos y las fibras de polímeros contienen de 1 a 70 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,

de 1 a 99 % en peso de un polímero o de mezclas de polímeros de este tipo,

de 0,1 a 60 % en peso de unos aditivos,

45 de 0,1 a 60 % en peso de un material de carga o respectivamente de unos materiales de refuerzo.

De manera preferida, los cuerpos moldeados, las películas, los hilos y las fibras de polímeros contienen de 50 a 99 % en peso de la masa de moldeo polimérica ignifugada.

De manera preferida, los cuerpos moldeados, las películas, los hilos y las fibras de polímeros contienen de 50 a 99 % en peso de la masa de moldeo polimérica ignifugada,

de 1 a 50 % en peso de un polímero o de mezclas de polímeros de este tipo.

De manera preferida, los cuerpos moldeados, las películas, los hilos y las fibras de polímeros contienen de 50 a 99 % en peso de la masa de moldeo polimérica ignifugada, de 1 a 50 % en peso de un polímero o de mezclas de polímeros de este tipo.

5 de 0,1 a 60 % en peso de unos aditivos,

de 0,1 a 60 % en peso de un material de carga o respectivamente de unos materiales de refuerzo.

De manera preferida, los cuerpos moldeados, las películas, los hilos y las fibras de polímeros contienen de 70 a 95 % en peso de la masa de moldeo polimérica ignifugada.

10 La composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, conforme al invento, se utiliza de manera preferida en unas masas de moldeo poliméricas ignifugadas, que se utilizan ulteriormente para la producción de cuerpos moldeados poliméricos.

Unas formas preferidas para los materiales de refuerzo para masas de moldeo poliméricas ignifugadas y para cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son las de fibras, velos, esterillas, tejidos, cordones, cintas, mangueras, hilos trenzados y cuerpos macizos, moldeados y huecos.

15 Unos materiales preferidos para los materiales de refuerzo para masas de moldeo poliméricas ignifugadas y para cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son materiales inorgánicos tales como un vidrio E (un vidrio de aluminio, boro y silicato para el refuerzo general de materiales sintéticos y para aplicaciones eléctricas), un vidrio R y un vidrio S (unos vidrios especiales para unos elevados requisitos mecánicos, también a una temperatura elevada), un vidrio D (un vidrio especial para unos requisitos dieléctricos aumentados también a una temperatura elevada), un vidrio C (un vidrio de álcali y cal con una adición aumentada de boro para conferir una capacidad de resistencia química especial), un vidrio de cuarzo, carbono, minerales, un metal (acero, aluminio, magnesio, molibdeno, wolframio), un material cerámico (óxidos de metales).

20 Unos materiales preferidos para los materiales de refuerzo para masas de moldeo poliméricas ignifugadas y para cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son unos materiales policondensados tales como p.ej. una poliamida-6 (p.ej. ®Perlon), una poliamida-6.6 (p.ej. ®Nylon), una poliamida-11 (p.ej. ®Rilsan, ®Qiana), poliamidas aromáticas (una (poli-(m-fenilen-isoftalamida) (p.ej. ®Nomex), una poli-(p-fenilen-tereftalamida) (p.ej. ®Aramid, ®Kevlar)), un poli-(tereftalato de etilenglicol) (p.ej. ®Dacron, ®Diolen, ®Terylene, ®Trevira, ®Vestan, etc.), un poli-(tereftalato de 1,4-dimetilen-ciclohexano) (p.ej. ®Kodel, ®Vestan X 160, etc.), un policarbonato y elastómeros de poliuretano (p.ej. ®Dorlastan, ®Lycra, etc.).

30 Unos materiales preferidos para los materiales de refuerzo para masas de moldeo poliméricas ignifugadas y para cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son ciertos polímeros tales como p.ej. un polietileno, un polipropileno, un homopolímero de poli(acrilonitrilo), un polímero mixto de poli(acrilonitrilo) (p.ej. ®Dralon, ®Orlon), polímeros modacrílicos (p.ej. ®Kanealon, ®Venel), un poli(cloruro de vinilo) atáctico (p.ej. ®Rhovyl, ®Fibravyl), un poli(cloruro de vinilo) sindiotáctico (p.ej. ®Leavil), un poli(alcohol vinílico) (p.ej. ®Kuralon, ®Vinylal, ®Vinyon), un poli(tetrafluoroetileno) (p.ej. ®Teflon, ®Hostaflon), un poliestireno (p.ej. ®Polyfiber, ®Styroflex).

35 Unos materiales preferidos para los materiales de refuerzo para masas de moldeo poliméricas ignifugadas y para cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son fibras naturales y semisintéticas (una celulosa a la viscosa, una celulosa con cobre, un acetato de celulosa, un triacetato de celulosa, lino, cáñamo, sisal, yute, ramio, algodón).

40 Unas dimensiones preferidas para las fibras cortas de vidrio son unas longitudes de 0,01 a 10 mm y unos diámetros de 0,005 a 0,015 mm.

La adición de fibras de vidrio a las poliamidas, dentro de los intervalos de concentraciones conformes al invento, conduce a un significativo aumento en los casos de la resistencia mecánica, la rigidez, la temperatura de reblandecimiento, la resistencia al amolado o a la rectificación y la estabilidad de la forma.

45 Unos aditivos preferidos para las masas de moldeo poliméricas ignifugadas y los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son agentes antioxidantes (p.ej. monofenoles alquilados, alquiltiometil-fenoles, hidroquinonas e hidroquinonas alquiladas, tio-difenil-éteres hidroxilados, alquiliden-bisfenoles, compuestos O-, N- y S-bencílicos, malonatos hidroxibencilados, compuestos aromáticos hidroxibencílicos, compuestos de triazina, bencilfosfonatos, acil-amino-fenoles, ésteres del ácido beta-(3,5-di-terc.-butil-4-hidroxi-fenil)-propiónico con alcoholes mono- o plurivalentes, ésteres del ácido beta-(5-terc.-butil-4-hidroxi-3-metil-fenil)-propiónico con alcoholes mono- o plurivalentes, ésteres del ácido beta-(3,5-diciclohexil-4-hidroxi-fenil)-propiónico con alcoholes mono- o plurivalentes, ésteres del ácido 3,5-di-terc.-butil-4-hidroxi-fenil-acético con alcoholes mono- o plurivalentes, amidas del ácido beta-(3,5-di-terc.-butil-4-hidroxi-fenil)-propiónico, ácido ascórbico (vitamina C) y agentes antioxidantes amínicos).

50 Unos aditivos preferidos para las masas de moldeo poliméricas ignifugadas y para los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son agentes absorbentes de los rayos UV y agentes fotoprotectores (2-(2'-hidroxi-fenil)-

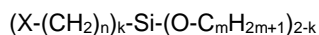
5 benzotriazoles, 2-hidroxi-benzofenonas, ésteres de ácidos benzoicos eventualmente sustituidos, acrilatos; compuestos complejos con níquel del 2,2'-tio-bis[4-(1,1,3,3-tetrametil-butil)-fenol], sales de níquel de ésteres monoalquílicos del ácido 4-hidroxi-3,5-di-terc.-butil-bencil-fosfónico, compuestos complejos con níquel de cetoximas, compuestos complejos con níquel de 1-fenil-4-lauroil-5-hidroxi-pirazol, eventualmente con unos ligandos adicionales; aminas impedidas estéricamente, diamidas de ácido oxálico y 2-(2-hidroxi-fenil)-1,3,5-triazinas).

10 Unos aditivos preferidos para las masas de moldeo poliméricas ignifugadas y los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son agentes de deslizamiento, agentes colorantes, agentes antiestáticos, agentes de nucleación (tales como p.ej. unas sustancias inorgánicas tales como p.ej. talco, óxidos de metales tales como dióxido de titanio u óxido de magnesio, fosfatos, carbonatos o sulfatos de, preferiblemente, metales alcalino-térreos; compuestos orgánicos tales como ácidos mono- o policarboxílicos, así como sus sales tales como p.ej. ácido 4-terc.-butil-benzoico, ácido adípico, ácido difenil-acético, succinato de sodio o benzoato de sodio; compuestos poliméricos, tales como p.ej. copolímeros iónicos ("ionómeros").

15 Unos aditivos preferidos para las masas de moldeo poliméricas ignifugadas y los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados son materiales de carga (tales como p.ej. greda y carbonato de calcio, silicatos, silicatos estratificados, minerales arcillosos p.ej. bentonitas, montmorillonitas, hectoritas, saponitas, ácidos silícicos precipitados/ pirógenos/cristalinos/amorfos, bolas de vidrio, talco, caolín, mica, sulfato de bario, óxidos e hidróxidos de metales, óxidos y/o hidróxidos de los elementos del segundo y del tercer grupo principal del sistema periódico de los elementos químicos (de manera preferida aluminio y magnesio), negro de carbono, grafito, aserrín de madera y polvos finos o fibras de otros productos naturales, fibras sintéticas).

20 Los materiales de carga y/o los materiales de refuerzo conformes al invento pueden ser tratados previamente con el material termoplástico de un compuesto de silano para obtener una mejor compatibilidad.

Adecuados compuestos de silanos son los de la fórmula general



en la que los sustituyentes tienen los siguientes significados:

25 **n** es un número entero de 2 hasta 10, de manera preferida de 3 hasta 4

m es un número entero de 1 hasta 5, de manera preferida de 1 hasta 2

k es un número entero de 1 hasta 3, de manera preferida 1.

30 Los compuestos preferidos de silanos son amino-propil-trimetoxi-silano, amino-butyl-trimetoxi-silano, amino-propil-trietoxi-silano, amino-butyl-trietoxi-silano, así como los correspondientes silanos, que como sustituyente **X** contienen un grupo glicidilo.

Los compuestos de silanos se emplean por lo general en unas proporciones de 0,05 a 5, de manera preferida de 0,5 a 1,5 y en particular de 0,8 a 1 % en peso (referidas a **E**) para el revestimiento superficial.

Ejemplos de los aditivos utilizables se indican en el documento EP-A-0 584 567.

35 El invento se refiere finalmente también a un procedimiento para la producción de unos cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, el cual está caracterizado porque unas masas de moldeo poliméricas ignifugadas conformes al invento se elaboran mediante moldeo por inyección (p.ej. en una máquina de moldeo por inyección (del tipo Aarburg Allrounder)) y prensado, moldeo por inyección de espuma, moldeo por inyección con presión interna de gas, moldeo por soplado, moldeo por colada de láminas, calandrado, estratificación o revestimiento a temperaturas elevadas para dar el cuerpo moldeado polimérico ignifugado.

40 De manera preferida, en el caso de este procedimiento las temperaturas de elaboración

en el caso de un poliestireno son de 200 a 250°C,

en el caso de un polipropileno son de 200 a 300°C,

en el caso de un poli(tereftalato de etileno)(PET) son de 250 a 290°C,

en el caso de un poli(tereftalato de butileno)(PBT) son de 230 a 270°C,

45 en el caso de una poliamida 6 (PA 6) son de 260 a 290°C,

en el caso de una poliamida 6.6 (PA 6.6) son de 260 a 290°C,

en el caso de un policarbonato son de 280 a 320°C.

Sorprendentemente, se ha encontrado que las propiedades mecánicas de los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, que se basan en las composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión,

conformes al invento, o en las masas de moldeo ignifugadas conformes al invento, son considerablemente mejores que las del estado de la técnica.

5 De manera preferida, el módulo E de los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, que se basan en las composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión conformes al invento, o en las masas de moldeo ignifugadas conformes al invento, y en un poli(tereftalato de butileno) es de 10.000 a 12.000 MPa.

De manera preferida, el módulo E de los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, que se basan en las composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión conformes al invento, o en las masas de moldeo ignifugadas conformes al invento, y en una poliamida 6.6 es de 10.000 a 12.000 MPa.

10 De manera preferida, el módulo E de los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, que se basan en las composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión conformes al invento, o en las masas de moldeo ignifugadas conformes al invento, y en una poliamida 6, es de 10.000 a 12.000 MPa.

De manera preferida, la clasificación según la norma UL-94 de los cuerpos moldeados poliméricos, que se basan en las composiciones de agentes ignifugantes, granuladas por compresión conformes al invento, o en las masas de moldeo ignifugadas conformes al invento, es V-1 o V-0.

15 Un revestimiento ignifugante, que contiene por lo menos de 1 a 50 % de una composición de agentes ignifugantes, compactada de 0,1 a 60 % de un polifosfato de amonio.

Datos experimentales

Determinación de la distribución de tamaños de granos con el granulómetro Microtrac

20 El tamaño de partículas en una dispersión acuosa se determina con ayuda de un granulómetro Microtrac ASVR/FRA de la entidad Leeds and Northrup. Se mide la reflexión o respectivamente la difracción de un rayo láser al pasar a través de la dispersión. Para esto se bombean 400 ml de etanol a través de la celda de medición con luz láser. La muestra del material sólido (p.ej. 70 mg) se añade dosificadamente de manera automática y, después de 10 min, se determina la distribución de tamaños de partículas. La unidad de evaluación del aparato calcula el valor de d50 y el de d90.

Compactación con rodillos

30 En un compactador de rodillos (de la entidad Hosokawa-Bepex, del tipo: L200/50P) se transporta el material de partida con ayuda de un husillo de rellenado entre los rodillos del compactador (ajuste: etapas 2 hasta 3). Esto se realiza tan rápidamente que, con una longitud de apoyo de 50 mm, resulte la deseada fuerza de prensado lineal. La rotación de los rodillos se ajusta a la etapa 2 y la hendidura entre los rodillos es de 0,1 mm. Los trozos resultantes (longitud: aproximadamente 50 mm, espesor: aproximadamente 2-5 mm, amplitud aproximadamente 10-15 mm) se machacan en un molino de martillos (de la entidad Alpine, tipo UPZ) con un diámetro de la abertura del tamiz de 5 mm a un número de revoluciones de 600 a 1.400 rpm.

Producción de las fracciones granulares

35 A partir del producto machacado, compactado con rodillos, sobre un tamiz vibratorio electrónico (de la entidad Siemens), con un tamiz incorporado de 1,7 mm, se separa primeramente el grano grueso. A partir de la fracción que pasa por el tamiz, con un segundo tamiz (de 400 µm) se separa el grano de tamaño deficitario. El material remanente en el tamiz es el grano bueno. El grano grueso se machaca y se tamiza otra vez.

Extrusión

40 Con una extrusora de doble husillo Leistritz ®ZSE 27-44, a partir de unas mezclas del agente ignifugante orgánico de fósforo y de un fosfinato de zinc fusible o respectivamente de una mezcla del agente ignifugante orgánico de fósforo, del agente sinergista y del fosfinato de zinc fusible, a unas temperaturas de extrusión de aproximadamente 200°C, mediante un desmoronamiento en caliente se obtienen unos granulados cilíndricos exentos de polvo y relativamente resistentes frente a la rotura.

45 Determinación de la tendencia a la formación de polvo

En una botella para lavado se pesan 10 g del material, que debe de ser investigado. En el caso de una corriente gaseosa de 1 l/min se hace pasar nitrógeno a través del material durante 20 min. La cantidad de polvo, que queda después de esto, se pesa. La proporción descargada se divide por la cantidad pesada y se refiere a 100 %.

50 Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo poliméricas ignifugadas y cuerpos moldeados poliméricos ignifugados

Los componentes ignifugantes se mezclan con el granulado polimérico y con los eventuales aditivos y se incorporan en una extrusora de doble husillo (del tipo Leistritz LSM 30/34) a unas temperaturas de 230 a 260°C (para un PBT-

GV) o respectivamente de 260 a 280°C (para un PA 66-GV). El cordón polimérico homogeneizado se retiró, se enfrió en un baño de agua y a continuación se granuló.

5 Después de una desecación suficiente, las masas de moldeo se elaboraron en una máquina de moldeo por inyección (del tipo Aarburg Allrounder) a unas temperaturas de las masas de 240 a 270°C (para un PBT-GV) o respectivamente de 260 a 290°C (para un PA 66-GV) para formar unas probetas de ensayo. Las probetas se ensayan con ayuda del ensayo UL-94 (de Underwriter Laboratories) en cuanto a la ininflamabilidad (ignifugación) y se clasifican.

En unas probetas procedentes de cada mezcla se determinó la clase de incendios según la norma UL 94 (de Underwriter Laboratories) en probetas con el espesor de 1,5 mm.

10 Según la norma UL 94 resultan las siguientes clases de incendios:

V-0 ninguna combustión posterior que dure más de 10 segundos, la suma de los períodos de tiempo de combustión posterior en el caso de 10 flameados no es mayor que 50 segundos, ningún goteo en combustión, ninguna combustión total de la muestra, ninguna incandescencia posterior de las muestras que dure más de 30 segundos después del final del flameado

15 V-1 ninguna combustión posterior que dure más de 30 segundos después del final del flameado, la suma de los períodos de tiempo de combustión posterior en el caso de 10 flameados no es mayor que 250 segundos, ninguna incandescencia posterior de las muestras que dure más de 60 segundos después del final del flameado, el resto de los criterios es igual que en V-0

20 V-2 inflamación de la guata de algodón por un escurrimiento incandescente, siendo el resto de los criterios igual que en V-1

no clasificable (ncl) no cumple la clase de incendios V-2.

Ejemplos

Ejemplo 1

25 Se mezclan 4,5 kg de una sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros (diámetro medio de partículas $d_{50} = 42 \mu\text{m}$, proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño medio de partículas situado por debajo de $20 \mu\text{m}$: 15 %), 3,5 kg de un polifosfato de melamina y 2 kg de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 2 kN/cm y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a $1.700 \mu\text{m}$, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de $20 \mu\text{m}$, es menor que 1 %.

Ejemplo 2

35 Se mezclan 4,5 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 3,5 kg de un polifosfato de melamina y 2 kg de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a $1.700 \mu\text{m}$, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de $20 \mu\text{m}$, es menor que 1 %.

Ejemplo 3 (de comparación)

40 Se mezclan 4,5 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 3,5 kg de un polifosfato de melamina y 2 kg de un poli(etilenglicol), y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a $1.700 \mu\text{m}$, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de $20 \mu\text{m}$, es menor que 1 %.

Ejemplo 4

50 Se mezclan 4,5 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 3,5 kg de un polifosfato de melamina y 2,00 kg de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 30 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a $1.700 \mu\text{m}$, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de $20 \mu\text{m}$, es menor que 1 %.

Ejemplo 5 (de comparación)

5 Se mezclan 9,9 kg de un polifosfato de melamina y 100 g de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 µm, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 µm, es menor que 1 %. El rendimiento del granulado es pequeño, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignífugantes, granulada por compresión, está situado por debajo del intervalo preferido conforme al invento.

Ejemplo 6

10 Se mezclan 9,9 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, y 100 g de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 µm, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 µm, es menor que 1 %. El rendimiento del granulado es pequeño.

Ejemplo 7

20 Se mezclan 9 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 800 g de un polifosfato de melamina y 200 g de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 µm, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 µm, es menor que 1 %.

Ejemplo 8

25 Se mezclan 800 g de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 9 kg de un polifosfato de melamina y 200 g de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 µm, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 µm, es menor que 1 %.

Ejemplo 9

30 Se mezclan 8,5 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 1 kg de un polifosfato de melamina y 500 g de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 µm, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 µm, es menor que 1 %.

Ejemplo 10

40 Se mezclan 1 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 8,5 kg de un polifosfato de melamina y 500 g de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 µm, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 µm, es menor que 1 %.

Ejemplo 11

45 Se mezclan 3 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 3 kg de un polifosfato de melamina y 4 kg de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 µm, cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 µm, es menor que 1 %.

Ejemplo 12

55 Se mezclan 4,5 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 0,5 kg de un polifosfato de melamina y 5 kg de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones

granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 μm , cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 μm , es menor que 1 %.

Ejemplo 13

5 Se mezclan 0,5 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 4,5 kg de un polifosfato de melamina y 5 kg de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 μm , cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 μm , es menor que 1 %.

Ejemplo 14

10 Se mezclan 9,8 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, y 200 g de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 μm , cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 μm , es menor que 1 %.

Ejemplo 15

15 Se mezclan 9,5 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, y 500 g de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 μm , cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 μm , es menor que 1 %.

Ejemplo 16

20 Se mezclan 5 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, y 5 kg de un fosfinato de zinc fusible, y se compactan correspondientemente a las prescripciones generales de "compactación con rodillos" con una fuerza de prensado lineal de 10 kN/cm, y se elaboran de acuerdo con la prescripción general de "producción de las fracciones granulares" para formar una fracción granular de 400 a 1.700 μm , cuya proporción de polvo, es decir la que tiene un tamaño de partículas situado por debajo de 20 μm , es menor que 1 %.

Ejemplo 17

25 Se mezclan 5,33 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, 2,67 kg de un polifosfato de melamina y 2 kg de un fosfinato de zinc fusible, y, correspondientemente a la prescripción general de "extrusión", se obtienen unos granulados cilíndricos exentos de polvo y relativamente resistentes a la rotura.

Ejemplo 18

30 Se mezclan 8 kg de la misma sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y (II), pulverulenta, y/o de sus polímeros, tal como en el Ejemplo 1, y 2 kg de un fosfinato de zinc fusible, y, correspondientemente a la prescripción general de "extrusión", se obtienen unos granulados cilíndricos exentos de polvo y relativamente resistentes a la rotura.

Ejemplo 19

35 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (@Ultramid A3), de 30 % en peso de fibras de vidrio (@Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes ignífugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 2 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Los índices de elasticidad y de resistencia mecánica de los cuerpos moldeados poliméricos son buenos, se obtiene una clasificación según la norma UL-94 de V-0. Los índices de elasticidad y de resistencia mecánica de los cuerpos moldeados son mejores que en los casos de los Ejemplos de comparación 21 y 22.

Ejemplo 21, de comparación

40 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (@Ultramid A3), de 30 % en peso de fibras de vidrio (@Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes ignífugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 3 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. En el caso de la utilización de la

composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, se obtiene una clasificación según la norma UL-94 de V-2, que es peor que la del Ejemplo 19.

Ejemplo 22

5 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (@Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (@Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 6 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 10 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 clasificación según la norma UL-94 de V-0, y el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado también dentro del intervalo reivindicado conforme al invento, pero el
 rendimiento del granulado es demasiado pequeño.

Ejemplo 23

15 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (@Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (@Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 7 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 20 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto. Los índices de elasticidad y de resistencia mecánica de los cuerpos moldeados son mejores que
 en los Ejemplos de comparación 20 y 21.

Ejemplo 24

25 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (@Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (@Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 8 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una suficiente
 30 clasificación según la norma UL-94 de V-1, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto. Los índices de elasticidad y de resistencia mecánica de los cuerpos moldeados son mejores que
 en los Ejemplos de comparación 20 y 21.

Ejemplo 25

35 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (@Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (@Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 9 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 40 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto.

Ejemplo 26

45 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (@Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (@Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 10 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto.

Ejemplo 27

50 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (@Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (@Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 11 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 55 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,

granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del granulado es alto.

Ejemplo 28

5 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (®Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (®Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 12 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 10 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto.

Ejemplo 29

15 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (®Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (®Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 13 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 20 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto.

Ejemplo 30

25 De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (®Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (®Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 14 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto.

30 Ejemplo 31

De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (®Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (®Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 15 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 35 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto. Los índices de elasticidad y de resistencia mecánica de los cuerpos moldeados son mejores que
 en los Ejemplos de comparación 21 y 22.

40 Ejemplo 32

De acuerdo con la prescripción general, una mezcla de 53 % en peso de una poliamida 6.6 (®Ultramid A3), de 30 %
 en peso de fibras de vidrio (®Vetrotrex EC 10 4,5 mm 98A) y de 17 % en peso de la composición de agentes
 ignifugantes, granulada por compresión, del Ejemplo 16 se formula en una extrusora de doble husillo para dar masas
 de moldeo poliméricas. Después de una desecación, las masas de moldeo se elaboran en una máquina de moldeo
 45 por inyección a 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Ciertamente se obtiene una favorable
 clasificación según la norma UL-94 de V-0, el contenido de fósforo de la composición de agentes ignifugantes,
 granulada por compresión, está situado dentro del intervalo reivindicado conforme al invento y el rendimiento del
 granulado es alto.

Sustancias utilizadas

50 Agente ignifugante orgánico de fósforo: ®Exolit OP 1230, de la entidad Clariant GmbH, contenido de fósforo: 23,8 %
 en peso

Agente sinergista: ®Melapur 200/70, de la entidad Ciba-DSM Melapur, contenido de fósforo 13,4 % en peso,

Fosfinato de zinc fusible: ®Exolit OP 950 (TP), de la entidad Clariant GmbH, contenido de fósforo: 20,2 % en peso

Poli(etilenglicol): el poli(etilenglicol) ®PEG 4000, de la entidad Clariant GmbH, contenido de fósforo: 0 % en peso

55

Tabla 1

Ejemplo	Agente ignifugante orgánico de fósforo	Agente sinergista	Fosfinato de zinc fusible	PEG	Fuerza de compresión lineal	Rendimiento	Contenido de P (de la comp. gran. por compr. de ag. ign.)
	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	kN/cm	%	% en peso
1	45,0	35,0	20		2	54	19,5
2	45,0	35,0	20		10	66	19,5
3 (comp.)	45,0	35,0		20	10	68	15,4
4	45,0	35,0	20		30	71	19,5
5 (comp.)	0,0	99,0	1		10	32	13,5
6	99,0	0,0	1		10	35	23,8
7	90,0	8,0	2		10	46	22,9
8	8,0	90,0	2		10	42	14,4
9	85,0	10,0	5		10	56	22,6
10	10,0	85,0	5		10	58	14,8
11	30,0	30,0	40		10	64	19,2
12	45,0	5,0	50		10	66	21,5
13	5,0	45,0	50		10	60	17,3
14	98	0	2		10	48	23,8
15	95	0	5		10	53	23,7
16	50,0	0,0	50		10	70	22,0

Tabla 2

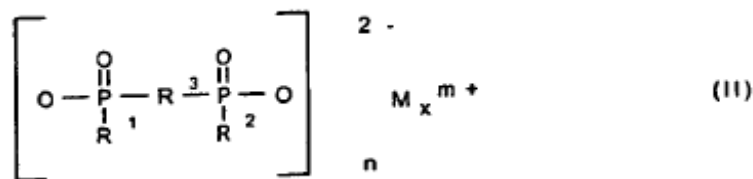
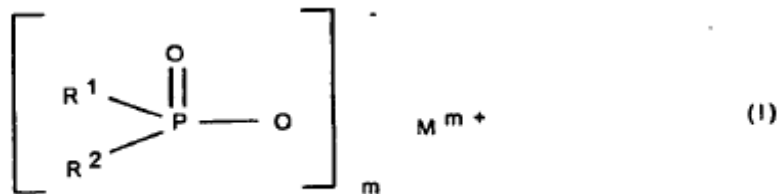
Ejemplo	Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,	Módulo E	Resistencia a la tracción	Clasificación según la norma UL-94 (0,8 mmm)
		[Mpa]	[N/mm ²]	
19	Ejemplo 2	9.300	176	V-0
20 (de comp.)	Ejemplo 2 grano grueso	7.900	60	V-1
21 (de comp.)	Ejemplo 3 (de comp.)			V-2
22	Ejemplo 6	8.600	120	V-0
23	Ejemplo 7	8.600	110	V-0
24	Ejemplo 8			V-1
25	Ejemplo 9			V-0
26	Ejemplo 10			V-0
27	Ejemplo 11			V-0

ES 2 356 918 T3

Ejemplo	Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,	Módulo E	Resistencia a la tracción	Clasificación según la norma UL-94 (0,8 mm)
		[Mpa]	[N/mm ²]	
28	Ejemplo 12			V-0
29	Ejemplo 13			V-0
30	Ejemplo 14			V-0
31	Ejemplo 15	8.800	126	V-0
32	Ejemplo 16			V-0

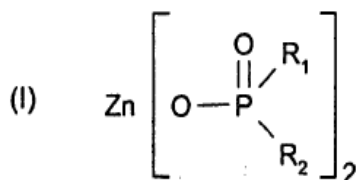
REIVINDICACIONES

1. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, caracterizada porque contiene una sal de ácido fosfínico de la fórmula (I) y/o una sal de ácido difosfínico de la fórmula (II) y/o sus polímeros,



en las que

5 **R¹, R²** son iguales o diferentes y significan alquilo de C₁-C₆, lineal o ramificado y/o arilo; **R³** significa alquileo de C₁-C₁₀, lineal o ramificado, arileno, alquil-arileno o aril-alquileo de C₆-C₁₀; **M** significa Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Fe, Zr, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na, K y/o una base nitrogenada en la forma protonada; **m** significa de 1 hasta 4; **n** significa de 1 hasta 4; **x** significa de 1 hasta 4, y ella contiene un fosfinato de zinc fusible, correspondiendo los fosfinatos de zinc fusibles de la fórmula (I) y/o sus polímeros,



10

en la que

R¹, R² son iguales o diferentes y significan hidrógeno, alquilo de C₁-C₁₈, lineal o ramificado y/o arilo; así como tienen un punto de fusión comprendido entre 40 y 250°C, y el fosfinato de zinc fusible tiene un contenido de fósforo de 10 - 35 % en peso así como la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, contiene

- 15 a) de 50 a 98 % en peso de una sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y/o (II) y/o de sus polímeros y
b) de 2 a 50 % en peso de un fosfinato de zinc fusible.

20 2. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque en el caso del fosfinato de zinc se trata de la sal de zinc del ácido dimetil-fosfínico, de la sal de zinc del ácido metil-etil-fosfínico, de la sal de zinc del ácido difenil-fosfínico y/o de la sal de zinc del ácido dietil-fosfínico.

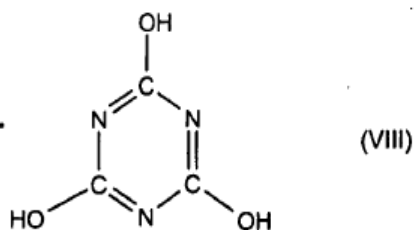
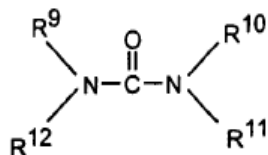
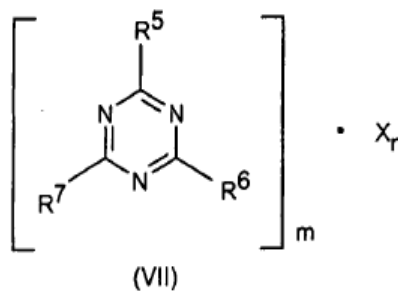
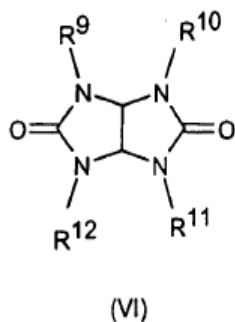
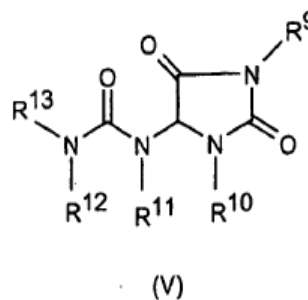
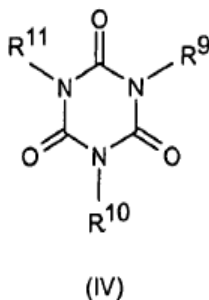
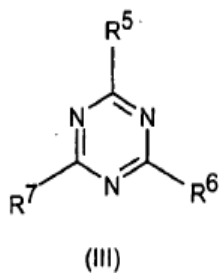
3. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizada porque el fosfinato de zinc fusible tiene un contenido de fósforo de 15 a 25 % en peso.

4. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizada porque contiene además por lo menos un agente sinergista.

25 5. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizada porque en el caso del agente sinergista se trata de fosfato de melamina, fosfato de dimelamina, pirofosfato de melamina, polifosfatos de melamina, polifosfatos de melam, polifosfatos de melem y/o polifosfatos de melon; de productos de condensación de melamina tales como melam, melem y/o melon; de ésteres oligoméricos del isocianurato de tris(hidroxi-etilo) con ácidos policarboxílicos aromáticos,

benzguanamina, isocianurato de tris(hidroxietilo), alantoína, glicol-urilo, melamina, cianurato de melamina, diciandiamida y/o guanidina; o de fosfatos nitrogenados de las fórmulas $(\text{NH}_4)_y\text{H}_{3-y}\text{PO}_4$ o respectivamente $(\text{NH}_4\text{PO}_3)_z$ con y igual a 1 hasta 3 y z igual a 1 hasta 10.000.

- 5 6. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizada porque en el caso del agente sinergista se trata de unos compuestos nitrogenados de las fórmulas (III) hasta (VIII) o de unas mezclas de éstos



en las que

- 10 R^5 hasta R^7 significan hidrógeno, alquilo de C_1-C_8 , cicloalquilo o alquil-cicloalquilo de C_5-C_{16} , eventualmente sustituido con una función hidroxilo o con una función hidroxilo-alquilo de C_1-C_4 , alqueno de C_2-C_8 , alcoxi, acilo o aciloxi de C_1-C_8 , arilo o aril-alquilo de C_6-C_{12} , $-\text{OR}^8$ y $-\text{N}(\text{R}^8)\text{R}^9$, así como con radicales alicíclicos con N o aromáticos con N,

- 15 R^8 significa hidrógeno, alquilo de C_1-C_8 , cicloalquilo o alquil-cicloalquilo de C_5-C_{16} , eventualmente sustituido con una función hidroxilo o con una función hidroxilo-alquilo de C_1-C_4 , alqueno de C_2-C_8 , alcoxi, acilo o aciloxi de C_1-C_8 , o arilo o aril-alquilo de C_6-C_{12} ,

R^9 hasta R^{13} significan los mismos grupos que R^8 así como $-\text{O}-\text{R}^8$,

m y n independientemente uno de otro, significan 1, 2, 3 ó 4, X significa unos ácidos, que pueden formar aductos con compuestos de triazina (III).

- 20 7. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizada porque en el caso del agente sinergista se trata de óxido de zinc, hidróxido de zinc, un hidrato de óxido de zinc, carbonato de zinc anhidro, carbonato de zinc (básico), hidróxido-carbonato de zinc, un hidrato de carbonato de zinc básico, silicato de zinc (básico), hexafluorosilicato de zinc, estannato de zinc, hidróxido-carbonato de zinc, magnesio y aluminio, hexafluorosilicato de zinc hexahidrato, sales de

- zinc de los oxoácidos del tercer grupo principal tales como borato de zinc, sales de zinc de los oxoácidos del quinto grupo principal tales como fosfato de zinc, pirofosfato de zinc, sales de zinc de los oxoácidos de los metales de transición, tales como cromato(VI)-hidróxido de zinc (amarillo de zinc), cromito de zinc, molibdato de zinc, permanganato de zinc, molibdato de zinc-silicato de magnesio o permanganato de zinc; y/o de unos compuestos con aniones orgánicos, tales como las sales de zinc de ácidos mono, di-, oligo- y policarboxílicos (sales del ácido fórmico (formiatos de zinc), del ácido acético (acetatos de zinc, acetato de zinc dihidrato, galzin), del ácido trifluoroacético (trifluoroacetato de zinc hidrato), propionato de zinc, butirato de zinc, valerato de zinc, caprilato de zinc, oleato de zinc, estearato de zinc, del ácido oxálico (oxalato de zinc), del ácido tartárico (tartrato de zinc), del ácido cítrico (citrato de zinc dihidrato tribásico), del ácido benzoico (benzoato), salicilato de zinc, del ácido láctico (lactato de zinc, lactato de zinc trihidrato), del ácido acrílico, del ácido maleico, del ácido succínico, de aminoácidos (de glicina) de funciones hidroxilo ácidas (fenolatos de zinc), para-fenol-sulfonato de zinc, para-fenol-sulfonato de zinc hidrato, acetilacetato de zinc hidrato, tannato de zinc, dimetil-ditio-carbamato de zinc o trifluorometano-sulfonato de zinc).
- 5 8. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizada porque ella contiene además carbodiimidias, N,N'-diciohexil-carbodiimida, poliisocianatos, carbonil-bis-caprolactama, polímeros de estireno y compuestos acrílicos, fenoles impedidos estéricamente, aminas impedidas estéricamente y fotoestabilizadores, fosfonitos, agentes antioxidantes y/o agentes de separación y desmoldeo.
- 15 9. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 8, caracterizada porque su tamaño medio de partículas es de 100 a 2.000 µm.
- 20 10. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 9, caracterizada porque su densidad aparente es de 200 a 1.500 g/l.
- 25 11. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 10, caracterizada porque su proporción de polvo (la proporción con unos tamaños de partículas situados por debajo de 20 µm) es de 0,1 a 10 % en peso.
- 30 12. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 11, caracterizada porque su contenido de fósforo es de 8 a 50 % en peso
- 35 13. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizada porque ella contiene
- a) de 95 a 60 % en peso de una sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y/o (II) y/o de sus polímeros y
- 30 b) de 5 a 40 % de un fosfinato de zinc fusible.
14. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizada porque ella contiene
- a) de 8 a 90 % en peso de una sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y/o (II) y/o de sus polímeros,
- b) de 2 a 50 % de un fosfinato de zinc fusible y
- 35 c) de 8 a 90 % en peso de por lo menos un agente sinergista.
15. Composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 12, caracterizada porque ella contiene
- a) de 10 a 85 % en peso de una sal de ácido (di)fosfínico de las fórmulas (I) y/o (II) y/o de sus polímeros,
- b) de 5 a 40 % de un fosfinato de zinc fusible y
- 40 c) de 10 a 85 % en peso de por lo menos un agente sinergista.
16. Utilización de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 12, en una masa de moldeo polimérica ignifugada que contiene
- de 1 a 50 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,
- de 1 a 99 % en peso de un polímero o de mezclas de polímeros de este tipo.
- 45 17. Utilización de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 12, en una masa de moldeo polimérica ignifugada que contiene
- de 1 a 50 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,
- de 1 a 99 % en peso de un polímero o de mezclas de polímeros de este tipo,
- de 0,1 a 60 % en peso de aditivos,

de 0,1 a 60 % en peso de un material de carga o respectivamente de materiales de refuerzo.

18. Utilización de acuerdo con la reivindicación 16 o 17, caracterizada porque los polímeros proceden del conjunto que se compone de los polímeros termoplásticos, tales como un poliéster, un poliestireno o una poliamida, y/o de los polímeros termoestables.

5 19. Utilización de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 12, en cuerpos moldeados, películas, hilos y fibras de polímeros ignifugados/as, que contienen

de 1 a 70 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,

de 1 a 99 % en peso de un polímero o de mezclas de polímeros de este tipo.

10 20. Utilización de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión, de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 12, en cuerpos moldeados, películas, hilos y fibras de polímeros ignifugados/as, que contienen

de 1 a 70 % en peso de la composición de agentes ignifugantes, granulada por compresión,

de 1 a 99 % en peso de un polímero o de mezclas de polímeros de este tipo,

15 de 0,1 a 60 % en peso de aditivos,

de 0,1 a 60 % en peso de un material de carga o respectivamente de materiales de refuerzo.

21. Utilización de la masa de moldeo polimérica ignifugada de acuerdo con la reivindicación 16 o 17, en cuerpos moldeados, películas, hilos y fibras de polímeros ignifugados/as, que contienen de 50 a 99 % en peso de una masa de moldeo polimérica ignifugada.