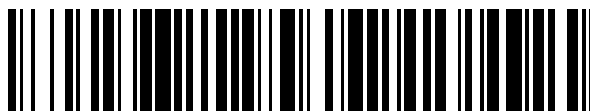


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 382 643**

51 Int. Cl.:

C09K 21/04 (2006.01)

C09K 21/10 (2006.01)

D06M 11/70 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08788746 .9**

96 Fecha de presentación: **03.09.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2188350**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **26.05.2010**

54 Título: **Método y composición**

30 Prioridad:
07.09.2007 GB 0717401
08.04.2008 GB 0806334

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
12.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
12.06.2012

73 Titular/es:
PERACHEM LIMITED
LEEDS INNOVATION CENTRE 103 CLARENDON
ROAD
LEEDS, WEST YORKSHIRE LS2 9DF, GB

72 Inventor/es:
HAWKES, Jamie Anthony;
WEBB, Paul;
LEWIS, David Malcolm y
BAYLIFF, Andrew

74 Agente/Representante:
Lehmann Novo, Isabel

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).

ES 2 382 643 T3

DESCRIPCIÓN

Método y composición

La presente invención se refiere a composiciones retardantes de la llama, y a métodos que se refieren a ellas.

5 Muchos materiales, por ejemplo algodón, mezclas ricas en algodón, y otros materiales celulósicos, tales como papel, requieren un tratamiento químico a fin de hacerlos retardantes de la llama. Esto es particularmente importante cuando los materiales se van a usar en ciertas aplicaciones, por ejemplo cortinas, ropa de trabajo, tejidos para amueblar, aplicaciones militares, y ropa de dormir para los niños. Otra área importante es la lana y tejidos de amueblar a base de lana, particularmente para el sector de asientos para transportes.

10 Es deseable que los materiales retardantes de la llama tengan un coste bajo, sean duraderos, no se desvíen materialmente de las propiedades mecánicas del tejido, sean capaces de tolerar procesos de tinción y de impresión tradicionales para todos los intervalos de color, satisfagan los requisitos de salud y de seguridad, y sean medioambientalmente aceptables.

15 Las composiciones retardantes de la llama (FR) de la técnica anterior se basan en sistemas que incluyen sales de ácido fosfórico y amoníaco o fosfatos de amonio. Sin embargo, una desventaja con tales composiciones FR de la técnica anterior es que no tienen una buena durabilidad con el lavado, y se pueden eliminar por lavado del tejido durante el aclarado o el lavado a máquina normal.

La presente invención se refiere en particular a composiciones retardantes de la llama duraderas con el lavado, y a métodos relacionados. Las composiciones retardantes de la llama que tienen durabilidad con el lavado son conocidas en la técnica anterior, pero cada una de estas composiciones tiene desventajas.

20 Por ejemplo, el sistema Proban (RTM) de Rhodia proporciona un acabado duradero con el lavado, pero conduce a una manipulación agresiva del tejido y a la decoloración de azocolorantes simples.

Otra composición FR existente duradera con el lavado es el sistema Pyrovatex (RTM) de Huntsman, pero es relativamente cara y conduce a emisiones de formaldehído durante el revestimiento y a niveles residuales de formaldehído libre en el tejido. Se sabe que el formaldehído es carcinógeno.

25 El documento US2482755 describe composiciones retardantes de la llama que, en realizaciones preferidas, son de naturaleza ácida y contienen ácido fosfórico y urea. Las composiciones se calientan durante períodos entre 3 minutos y 15 minutos. El documento US 2482755 enseña que los tejidos tratados con tales composiciones se hacen resistentes a la llama mediante la incorporación en el tejido de restos de fósforo y de nitrógeno.

30 Inagaki Norihiro et al. describen en "Phosphorylation of Cellulose with Phosphorous Acid and Thermal Degradation of the Product", Journal of Applied Polymer Science, vol. 20, no. 10, octubre de 1976, páginas 2829-2836, un método para tratar un material (celulosa) para mejorar la capacidad de retardar la llama, comprendiendo el método aplicar al material urea, ácido fosforoso y una base que comprende un catión metálico monovalente, en la que el catión metálico monovalente es sodio.

35 Según un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un método para tratar un material que contiene celulosa para mejorar la capacidad de retardar la llama, comprendiendo el método aplicar al material urea, ácido fosforoso o una sal del mismo, y una base que comprende un catión metálico monovalente, en la que el catión metálico monovalente es potasio.

La urea y el ácido fosforoso (o su sal) y la base se pueden aplicar secuencialmente, en tres tratamientos o en dos tratamientos, en cualquier orden, o se pueden aplicar simultáneamente.

40 En realizaciones preferidas, se aplican simultáneamente. El método del primer aspecto comprende adecuadamente aplicar a un material una composición que comprende ácido fosforoso o una sal del mismo, y urea y una base que comprende un catión metálico monovalente, en la que el catión metálico monovalente es potasio. En algunas realizaciones, la composición aplicada al material tiene un pH de al menos 6, por ejemplo al menos 7, al menos 7,5, o al menos 8. Adecuadamente, la composición aplicada al material tiene un pH de hasta 11, o hasta 10. En algunas realizaciones, el pH de la composición es alrededor de 8,6 a alrededor de 9,8.

45 En algunas realizaciones preferidas, el pH de la composición puede tener un pH de 4,5 a 5,5, por ejemplo alrededor de pH 5. El uso de una composición que tiene un pH de alrededor de 5 puede mejorar la manipulación del material tratado. Un pH más bajo es desfavorable debido al reblandecimiento/debilitamiento del material tratado durante el curado a temperaturas elevadas.

50 Por ácido fosforoso se hace referencia al material que tiene la fórmula molecular H_3PO_3 , que, al reaccionar con una base, produce sales de fosfito.

Las sales de ácido fosforoso que se pueden aplicar adecuadamente al material son aquellas de metales monovalentes, especialmente metales alcalinos.

En un método del primer aspecto de la presente invención que comprende aplicar una base que comprende un catión metálico monovalente, esa base puede incluir hidróxidos de metales alcalinos, bicarbonatos de metales alcalinos, carbonatos de metales alcalinos, y otros materiales conocidos por los expertos en la técnica. El catión de metal alcalino de la base es potasio.

- 5 Según un segundo aspecto de la invención, se proporciona una composición retardante de la llama que comprende ácido fosforoso o una sal del mismo, urea y una base que comprende un catión metálico monovalente, en la que el catión metálico monovalente es potasio.

Las bases adecuadas incluyen hidróxidos de metales alcalinos, bicarbonatos de metales alcalinos, carbonatos de metales alcalinos, y otros materiales conocidos por los expertos en la técnica.

- 10 Se prefiere especialmente el hidróxido de potasio.

El método del primer aspecto de la presente invención comprende preferiblemente aplicar a un material una composición del segundo aspecto.

- 15 La composición puede comprender además amoníaco y aminas orgánicas solubles o dispersables en agua, tales como trietanolamina, que se puede usar para ajustar el pH de la misma. Cuando el tejido tratado se calienta, se pueden evaporar bases volátiles, haciendo que el pH sea menor. En tales casos, la presencia de bases metálicas monovalentes actuará para amortiguar el pH del material (por ejemplo, un tejido), y podría evitar que el pH cayese hasta el grado en el que se dañe el tejido.

- 20 Se puede añadir a la composición ácido fosforoso libre, o se puede proporcionar una sal de ácido fosforoso. La persona experta apreciará que en realizaciones en las que se usa ácido fosforoso libre, éste puede estar presente en ciertas condiciones en la composición como una sal.

En una realización preferida, la composición comprende al menos 60 gdm^{-3} de ácido fosforoso, preferiblemente al menos 80 gdm^{-3} , más preferiblemente al menos 90 gdm^{-3} , más preferiblemente al menos 120 gdm^{-3} , y lo más preferible al menos 150 gdm^{-3} . La composición puede comprender adecuadamente hasta 300 gdm^{-3} de ácido fosforoso, por ejemplo hasta 275 gdm^{-3} , y preferiblemente hasta 250 gdm^{-3} .

- 25 La composición puede comprender adecuadamente al menos 100 gdm^{-3} de urea, preferiblemente al menos 150 gdm^{-3} , preferiblemente al menos 200 gdm^{-3} , más preferiblemente al menos 250 gdm^{-3} , y lo más preferible al menos 300 gdm^{-3} .

La composición puede comprender adecuadamente hasta 500 gdm^{-3} de urea, por ejemplo hasta 450 gdm^{-3} , preferiblemente hasta 400 gdm^{-3} , y más preferiblemente hasta 375 gdm^{-3} .

- 30 La composición puede comprender adecuadamente dicha base a una concentración de al menos 1M (molar), preferiblemente al menos 1,4M, preferiblemente al menos 1,8M, más preferiblemente al menos 2M, y lo más preferible al menos 2,8M.

La composición puede comprender adecuadamente dicha base a una concentración de hasta 5M, más preferiblemente hasta 4,5M, preferiblemente hasta 4M, y lo más preferible hasta 3,6M.

- 35 Las concentraciones señaladas anteriormente son generalmente adecuadas pero especialmente aplicables para una composición destinada a ser aplicada hasta 100% de wpu (captación en húmedo).

La relación en peso de urea a ácido fosforoso en la composición de la presente invención es preferiblemente al menos 1:1, más preferiblemente al menos 1,2:1, y lo más preferible al menos 1,3:1.

- 40 La relación en peso de urea a ácido fosforoso es preferiblemente hasta 6:1, por ejemplo hasta 5:1, preferiblemente hasta 4:1, y lo más preferible hasta 3:1.

Cuando está presente una sal de ácido fosforoso, las definiciones aquí de cantidad de ácido fosforoso o relación en peso de ácido fosforoso a otro componente se aplican al resto ácido de la sal.

- 45 En algunas realizaciones, la composición puede comprender además una resina polimérica catiónica soluble en agua o dispersable en agua. Se prefieren resinas de reticulación catiónicas; son más preferidas las resinas catiónicas que son capaces de autorreticularse o de reticularse bajo un régimen de cocción o de curado. La selección específica de la resina óptima se puede realizar según circunstancias específicas referidas al uso final por alguien experto en la técnica. Los ejemplos de tales componentes incluyen resinas de poliaminoamida-epiclorohidrina, tales como Hercosett 125 (Hercules) o Beetle Resin PT765 (BIP), compuestos de poliamonio cuaternario tales como TinofixFRD (Ciba) o Levogen FL (Bayer) o cyclanon E (BASF), o aminas cuaternarias alifáticas poliamínicas tales como Optifix F (Clariant). Se ha encontrado que ciertas resinas de poliaminoamida-epiclorohidrina son particularmente eficaces para el tratamiento retardante de la llama de telas de algodón.

La resina catiónica soluble en agua o dispersable en agua se puede incluir en la composición en el momento de la

fabricación, o se puede añadir a la composición antes del uso. El punto de adición se determinará por el sistema particular en uso y la estabilidad al almacenamiento de la resina escogida cuando se mezcla con los otros componentes de la composición retardante de la llama. Tales consideraciones son de lo más comunes, y son bien conocidas por los expertos en la técnica.

- 5 En una realización preferida, la composición comprende al menos 5 gdm^{-3} de una resina polimérica catiónica soluble en agua, preferiblemente al menos 15 gdm^{-3} , más preferiblemente al menos 30 gdm^{-3} , y lo más preferible al menos 45 gdm^{-3} .

La composición puede comprender adecuadamente hasta 250 gdm^{-3} de resina polimérica catiónica soluble en agua, preferiblemente hasta 150 gdm^{-3} , más preferiblemente hasta 75 gdm^{-3} , y lo más preferible hasta 55 gdm^{-3} .

- 10 El uso de una resina polimérica catiónica es muy ventajoso en la presente invención. Un material, por ejemplo un material celulósico, que ha sido tratado con ácido fosforoso puede tener en la superficie una concentración elevada de restos de fosfito enlazados covalentemente y también no unidos. Esto conduce a una superficie aniónica que es hidrófila, y de este modo es probable que absorba agua. Por lo tanto, el material se humedece a menudo y también puede tener a contraerse. La inclusión de una resina polimérica catiónica ayuda a reducir la naturaleza aniónica de un material tratado con ácido fosforoso, y de este modo ayuda a evitar la humedad y la contracción. La elección cuidadosa de una resina polimérica catiónica apropiada por los expertos en la técnica puede mejorar la manipulación física del tejido, y también puede proporcionar propiedades hidrófobas. Este método se podría usar de este modo para proporcionar tejidos impermeables.

- 20 En una realización adicional de la presente invención, la composición puede incluir un material de fase dispersa, por ejemplo un pigmento, carga o sus mezclas. Los ejemplos de tales materiales incluyen pigmentos retardantes de la llama, tales como hidróxido de magnesio, carbonato de calcio, fosfato de aluminio, fosfito de aluminio, silicato de aluminio, fosfito de magnesio y fosfato de magnesio. Se pueden usar otros pigmentos para proporcionar otras propiedades, tales como color, opacidad, hidrofobia, propiedades de planchado fácil, y una manipulación suave. El intervalo de materiales de fase dispersa adecuados es grande. Sin embargo, las selecciones apropiadas se podrían realizar fácilmente por la persona experta en la técnica, según las propiedades precisas requeridas. En los ejemplos se incluyen algunos materiales adecuados para uso en la presente invención.

En una realización preferida, la composición comprende al menos $0,1 \text{ gdm}^{-3}$ de pigmento retardante de la llama, preferiblemente al menos 5 gdm^{-3} , más preferiblemente al menos 10 gdm^{-3} , y lo más preferible al menos 15 gdm^{-3} .

- 30 La composición puede comprender adecuadamente hasta 220 gdm^{-3} de pigmento retardante de la llama, preferiblemente hasta 150 gdm^{-3} , más preferiblemente hasta 100 gdm^{-3} , y lo más preferible hasta 50 gdm^{-3} .

Si se añade el pigmento o combinación de pigmentos con el fin de dar color, entonces la cantidad usada se determinaría por el tono deseado. Sin embargo, normalmente no excedería 50 gdm^{-3} .

- 35 Se ha encontrado sorprendentemente que es particularmente ventajoso incluir una resina polimérica catiónica en combinación con un pigmento, en particular cuando el pigmento emplea un agente dispersante con grupos aniónicos.

- La composición es preferiblemente una composición acuosa. La composición se puede preparar adecuadamente mediante adición de urea a una disolución acuosa de ácido fosforoso. Entonces se puede añadir hidróxido potásico para proporcionar una composición que tiene un pH deseado. Éste puede ser, por ejemplo, aproximadamente pH 7. En otras realizaciones, puede ser aproximadamente pH 5. Se puede obtener un pH mayor, por ejemplo pH 7,4 a 10, mediante adición de material básico adicional.

- 40 La concentración global de la composición, como el licor de tratamiento, se seleccionará para ajustarse a la captación en húmedo dada por el equipo seleccionado y para el balance global económico y de comportamiento dado por las tasas de tratamiento resultantes. Tales consideraciones son comunes para los expertos en la técnica. La composición se puede proporcionar en forma concentrada, para ser diluida por el usuario. Adicionalmente, por ejemplo a fin de reducir el coste global del tratamiento, la composición se puede suministrar diluida previamente, en cuyo caso los intervalos de concentración estipulados se pueden reducir proporcionalmente. Cuando en esta invención se especifican concentraciones de reactivos, éstas se basan en una captación en húmedo nominal de 100%. Las composiciones de esta invención se pueden aplicar al sustrato mediante un número de métodos conocidos en la industria. Para sustratos textiles, es común el equipo de fulardado-rame. La captación en húmedo puede variar según la configuración de la máquina precisa, y es habitual el ajuste de la concentración del licor por el usuario para adecuarse al montaje de la máquina.

- 45 Preferiblemente, el material es un material de banda a base de fibras, por ejemplo un papel o cartón, o, lo más preferible, un tejido, incluyendo un tejido tricotado o tejido, o un material no tejido. Los materiales adecuados incluyen algodón, viscosa, liocel, fibra a base de queratina (por ejemplo lana) y fibras sintéticas; y mezclas de cualquiera de los anteriores. Sin embargo, el material es un material que contiene celulosa, especialmente que contiene al menos 50% de contenido celulósico. Los materiales preferidos son algodón y tejidos ricos en algodón, que contienen al menos 50% de algodón (por ejemplo tejido de algodón/poliéster 75/25); y materiales a base de

queratina, tales como lana.

Aunque la invención no está limitada al tratamiento del tejido, para facilitar la comprensión posterior de la discusión del método, la invención se describirá en este contexto.

5 En el método del primer aspecto, la composición se puede aplicar al material por cualquier medio adecuado. Un método preferido para un tejido es el fulardado, un término bien entendido por los expertos en la técnica. El fulardado puede tener lugar, por ejemplo, a una velocidad de alrededor de 50 metros por minuto.

Preferiblemente, el método del primer aspecto comprende además una etapa (x) de curar la composición en el material.

10 La etapa de curado (x) se puede lograr mediante un número de métodos alternativos. En un método, el material tratado se puede preparar de forma discontinua a una temperatura apropiada. La preparación discontinua es un procedimiento bien conocido por los expertos en la técnica. La preparación discontinua comprende enrollar el tejido recientemente tratado en un cilindro que se protege mediante una capa impermeable de material, por ejemplo polietileno. El rollo se almacena entonces a una temperatura apropiada hasta que los componentes activos han penetrado los hilos y fibras del sustrato. La temperatura puede estar por debajo o por encima o a la temperatura ambiente.

En otra realización, el material tratado se cura cociéndolo en un horno, adecuadamente alimentando la banda de tejido a través de una estación de calentamiento (por ejemplo estirado en bastidor o rameado).

20 Es posible con algunos diseños de equipos avanzados controlar estrechamente las zonas calentadas a través de las cuales pasa el tejido con respecto al perfil de temperatura, humedad y otras características medioambientales. Tales métodos pueden producir beneficios en el comportamiento del producto final, y también reducir los costes de aplicación.

La cocción se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de al menos 120°C, preferiblemente 150°C, más preferiblemente al menos 170°C. La temperatura de cocción es preferiblemente menor que 220°C, más preferiblemente menor que 200°C, lo más preferible menor que 190°C.

25 El material se cuece preferiblemente en un horno durante un período de al menos 20 segundos, más preferiblemente al menos 30 segundos, y lo más preferible al menos 40 segundos.

El material se puede cocer en el horno durante un tiempo de hasta 15 minutos. Preferiblemente, se cuece durante un período de hasta 3 minutos, por ejemplo hasta 2 minutos, preferiblemente hasta 90 segundos, y más preferiblemente hasta 60 segundos.

30 Preferiblemente, el método puede comprender una etapa adicional (y) tras la etapa de curado (x) de rehidratación del material. La rehidratación se puede lograr mediante un número de métodos alternativos. En algunas realizaciones, la exposición del material al aire durante un período de al menos 3 minutos, por ejemplo 5 minutos, es suficiente para permitir que se produzca la rehidratación.

35 En otra realización, la etapa de rehidratación puede implicar tratar el material con agua. Esto se puede lograr, por ejemplo, mediante el tratamiento con vapor, mediante pulverización, rociado o fulardado.

En algunas realizaciones, la etapa de rehidratación puede comprender una etapa de tratamiento del material durante un segundo tiempo con una composición según el segundo aspecto. La formulación de la composición puede ser la misma o diferente a la usada en la primera etapa de tratamiento. Como alternativa, puede comprender tratar el material con una composición acuosa que contiene urea pero preferiblemente nada de ácido fosforoso.

40 El método de la presente invención comprende adecuadamente una etapa de curado adicional (z), tras la etapa de curado (x) y, cuando se utiliza, una etapa de rehidratación (y). La segunda etapa de curado se lleva a cabo adecuadamente dentro del alcance de las definiciones dadas anteriormente para la primera etapa de curado (x). Esas definiciones también se aplican así a la segunda etapa de curado (z). Preferiblemente, la segunda etapa de curado se lleva a cabo de la misma manera que la primera etapa de curado (x); de este modo, las etapas (x) y (z) son preferiblemente idénticas de forma sustancial. Tras la segunda etapa de curado, el método comprende adecuadamente una etapa final de aclarado y secado del material, mediante métodos estándar. Por ejemplo, el aclarado se puede llevar a cabo sumergiendo en una serie de baños de agua, seguido del secado a una temperatura elevada, por ejemplo 50-140°C, de forma adecuada aproximadamente 120°C. La ganancia de peso seco final en el tejido puede ser entonces aproximadamente 5-15%, preferiblemente de forma aproximada 10% de sólidos, en peso de fibra.

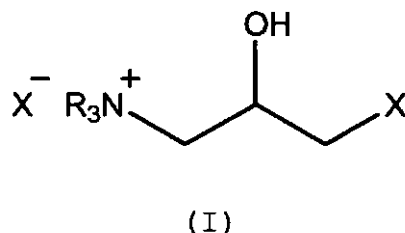
El método de la presente invención puede comprender una o más etapas de tratamiento adicionales tras las etapas de curado primera y/o segunda.

Por ejemplo, el material se puede aclarar con agua fría. Entonces se puede tratar opcionalmente con una composición ácida, adecuadamente una composición que comprende un ácido orgánico, por ejemplo ácido fórmico.

El material se puede tratar opcionalmente con una composición que comprende una sal de amonio cuaternario. Los ejemplos de sales de amonio cuaternario adecuadas incluyen cloro, haluros de tetraalquilamonio, derivados de amina terciaria de epiclorohidrina o epibromohidrina, y derivados poliamínicos.

5 Los haluros de tetraalquilamonio adecuados incluyen sales de bromuro o cloruro de grupos amonio cuaternario R_4N^+ , en los que cada R se selecciona independientemente de un grupo alquilo que tiene de 1 a 24, preferiblemente de 1 a 16 átomos de carbono. Los ejemplos específicos incluyen bromuro de tetrametilamonio y bromuro de cetiltrimetilamonio.

Los derivados adecuados de epiclorohidrina y epibromohidrina incluyen compuestos de fórmula I:



10

en la que el o cada X se selecciona independientemente de cloro y bromo, y cada R se selecciona independientemente de un grupo alquilo opcionalmente sustituido. Cada R puede ser un grupo alquilo que tiene 1 a 30 átomos de carbono. En algunas realizaciones, uno o más de los grupos R es un grupo alquilo de cadena larga que tiene, por ejemplo, de 10 a 28 átomos de carbono.

15

En algunas realizaciones, cada R es un grupo alquilo que tiene 1 a 4 átomos de carbono. En una realización alternativa, los grupos R pueden estar unidos, por ejemplo para formar un resto de morfolina. En un ejemplo, R_3N^+ representa un resto de N-metilmorfolina.

En una realización preferida, la sal de amonio cuaternario es cloruro de 3-cloro-2-hidroxi-1-trimetilaminopropano.

20

Los derivados poliamínicos adecuado incluyen aquellos conocidos con el nombre comercial ISOL Fixer NFO, que está disponible de Ionic Solutions, Bradford, UK.

25 Como alternativa y/o adicionalmente, el material se puede tratar adicionalmente con una composición que comprende una sal metálica. Adecuadamente, la composición es una composición acuosa que comprende la sal de un metal divalente o trivalente, seleccionado preferiblemente de magnesio, calcio y aluminio. Preferiblemente, la sal es una sal soluble en agua, por ejemplo un cloruro, carbonato o sulfato. Las sales adecuadas incluyen cloruro de magnesio, sulfato de magnesio, cloruro de calcio, carbonato de calcio y sulfato de aluminio.

Preferiblemente, la composición comprende de 1 a 50 g/litro de la sal, por ejemplo de 5 a 20 g/litro.

30 En la una o más etapas de tratamientos adicionales opcionales, la composición o composiciones se pueden aplicar mediante cualquier medio adecuado. Tales métodos de aplicación son bien conocidos por los expertos en la técnica, y la persona experta podría seleccionar fácilmente una técnica apropiada.

35 Durante el procesamiento, un tejido se puede estirar en ambas direcciones, pero especialmente en la dirección de urdimbre del tejido, debido a la acción de la maquinaria. Este estiramiento da como resultado una ganancia de tejido extra, que puede ser útil en caso de problemas que surjan en la producción. En algunas realizaciones, el método de tratamiento de la presente invención puede invertir la acción del estirado. Esto puede parecer entonces que es una contracción del tejido. El uso de una o más de las etapas de tratamiento adicionales descritas anteriormente tras el curado ayuda a minimizar la contracción del tejido, sin provocar efectos perniciosos con relación a las propiedades retardantes de la llama o de manipulación del material.

40 La contracción también puede estar provocada por el incremento en la hidrofilia del material introducida por la incorporación de grupos éster de fosfonato de celulosa. La introducción de cationes bivalentes o trivalentes puede actuar para deshidratar estos restos y evitar la contracción de relajación debido a un hinchamiento excesivo con agua.

Según un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona un material que contiene celulosa, tratado mediante el método del primer aspecto.

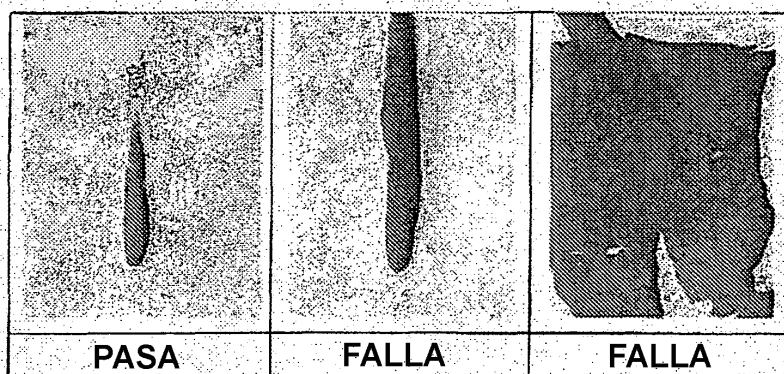
El material del tercer aspecto se proporciona adecuadamente con propiedades retardantes de la llama duraderas

con el lavado. Mediante esto se quiere decir que el material es retardante de la llama tras múltiples lavados. Las necesidades precisas de lavado y de ensayo de llama son una materia para la legislación local en la jurisdicción en la que se comercializará eventualmente el producto. A título de ejemplo, los ensayos de lavado incluyen BS5651:1978 (Procedimientos de limpieza y humectación para uso en la evaluación del efecto de limpieza y humectación sobre la inflamabilidad de tejidos textiles y montajes de tejidos); BS EN ISO 12138:1997 (Textiles - Procedimientos de lavado doméstico para tejidos textiles antes del ensayo de inflamabilidad); y BS EN ISO 6330:2001 (Textiles y procedimientos de lavado doméstico y secado para el ensayo de textiles).

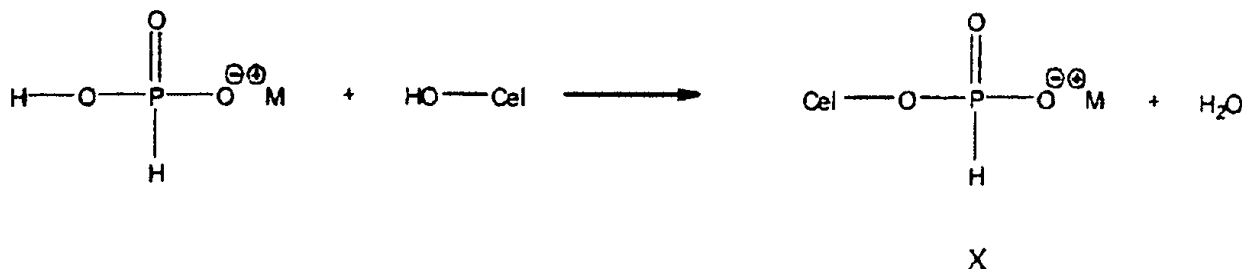
Típicamente, estos ensayos consisten en lavar el tejido a una relación de licor determinada, durante un período de tiempo y temperatura determinados. Los diferentes usos finales requieren diferentes comportamientos de lavado; sin embargo, una buena prueba patrón es como sigue: relación de licor 16:1, 60°C durante 12 minutos, aclarados de 3 minutos (repetidos 4 veces).

También, a título de ejemplo, el ensayo de llama adecuado incluye el método expuesto en BS5438 (Métodos de ensayo para la inflamabilidad de tejidos textiles cuando se someten a una pequeña llama de ignición aplicada a la cara o borde inferior de muestras orientadas verticalmente), en el que el tejido es soportado en un bastidor vertical con una llama de butano de longitud específica aplicada perpendicular al tejido durante 15 segundos.

El estándar británico requiere que un tejido cumpla ciertos criterios a fin de pasar el estándar. El más importante de estos es que la longitud de la quemadura observada no debe exceder el tamaño del bastidor de ensayo (aproximadamente 15 cm). El resplandor que soporta un frente de llama y un orificio en la región quemada del tejido también son observaciones que dan como resultado un fallo del ensayo. Los ejemplos de pases y fallos del ensayo de llama se muestran en la tabla a continuación para tejidos de algodón tratados sometidos a un procedimiento de ensayo según BS 5438.



Sin querer estar atados por la teoría, cuando el material es celulósico, se cree que la reacción transcurre vía un monoéster con el ácido fosforoso, proporcionando un éster fosforoso de celulosa como sal metálica. De este modo, la presente invención proporciona un material de celulosa tratado que incluye el producto de la reacción de monoéster de celulosa y una sal metálica monovalente de ácido fosforoso, en el que la sal metálica monovalente es una sal potásica. La reacción se muestra en el esquema 1.

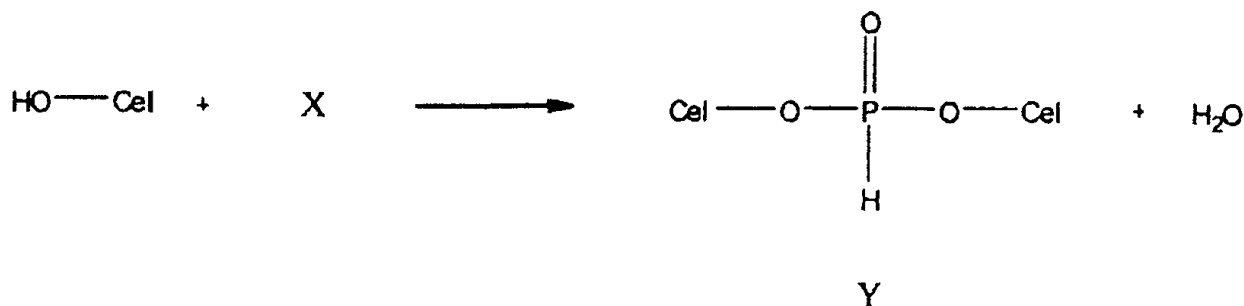


Esquema 1

en el que "Cel" representa el resto de un material celulósico, por ejemplo algodón o tejido rico en algodón, y M⁺ es un catión de potasio.

En un aspecto adicional, la presente invención proporciona una composición de materia que consiste en, o comprende como el componente celulósico principal presente, un compuesto de fórmula general X.

Se cree que esta especie reacciona entonces con un resto celulósico adicional para formar una especie de diéster Y mostrada en el esquema 2.



Esquema 2

en el que “Cel” representa el resto de un material celulósico, por ejemplo algodón o tejido rico en algodón.

En un aspecto adicional, la presente invención proporciona una composición de materia que consiste en, o comprende como el componente celulósico principal presente, un compuesto de fórmula general Y.

Un “componente celulósico principal” representa aquí que al menos 50% de la celulosa tratada en el método forma el compuesto de fórmula general X o Y; preferiblemente al menos 60%, más preferiblemente al menos 80%, y lo más preferible al menos 90% (en peso).

Cuando el sustrato contiene, por ejemplo, fibras a base de queratina, los nucleófilos en la superficie de queratina son capaces de formar compuestos análogos que funcionan de forma similar a los diésteres de celulosa.

Así como estos compuestos son aspectos adicionales de la invención, también los métodos descritos para su preparación son todavía aspectos adicionales de la invención.

Se debería observar que el material tratado del tercer aspecto de la presente invención es un material retardante de la llama duradero con el lavado, que no incluye nitrógeno unido residual. Esto es diferente a los materiales tratados con composiciones retardantes de la llama de la técnica anterior, por ejemplo polifosfatos de amonio y sistemas a base de fosfato descritos en el documento US2482755, en el que se enseña que es necesario el nitrógeno para proporcionar una capacidad retardante de la llama para una cantidad económica de fósforo.

Es ventajoso que la presente invención sea capaz de proporcionar un material retardante de la llama tratado que no incluya átomos de nitrógeno incorporados en una composición retardante de la llama.

Se ha encontrado además que un material tratado según la presente invención tiene propiedades de planchado duradero. Un material producido así se puede considerar que tiene propiedades de “cuidado fácil”, y de este modo no necesita ser planchado por el consumidor.

En algunas realizaciones se puede usar un método del primer aspecto para producir un tejido que contenga arrugas (incluyendo pliegues o plisados) que son de “cuidado fácil”. Si, tras la etapa (x), se introducen arrugas en un tejido y después se lleva a cabo una etapa de rehidratación (y) opcional y después una segunda etapa de curado (z), las arrugas introducidas serán una característica “permanente” del tejido, es decir, dichas arrugas serán duraderas frente al lavado.

En algunas realizaciones, un tejido se podría tomar después de la primera etapa de curado (x), se podría usar para obtener un artículo (una prenda, por ejemplo), y después se podría someter a etapas posteriores (y) (opcional) y (z).

En un aspecto adicional, las composiciones usadas en el método de la presente invención pueden incluir un tinte, introduciendo de ese modo coloración al tejido al mismo tiempo que las propiedades retardantes de la llama y/o de cuidado fácil y/o de arrugado permanente. El tinte puede ser por ejemplo un tinte reactivo, un tinte directo, un tinte ácido, un tinte de tinaja, un tinte premetalizado, o un tinte mordiente. Si tales compuestos están presentes en las composiciones usadas en la presente invención, el material producido se puede teñir con un color profundo, y el material teñido puede tener solidez a los múltiples lavados. El tinte se une covalentemente a la fibra durante la etapa (x) y/o la etapa (z). En una realización alternativa, se puede incluir un tinte en una segunda composición de fulardado usada en la etapa de rehidratación (y).

En realizaciones preferidas, sin embargo, cualquier tinte presente está incluido en la composición del segundo aspecto. Los tintes preferidos son tintes reactivos solubles en agua. Los tintes reactivos adecuados son aquellos que incluyen grupos halotriazina, halopirimidina, haloquinoxalina, vinilsulfona o α -bromoacrilamido. Los ejemplos de tintes reactivos preferidos incluyen CI Reactive Violet 5, CI Reactive Blue 19, CI Reactive Red 23, CI Reactive Black 5, CI Reactive Orange 16 y CI Reactive Yellow 160.

En tales realizaciones, la composición comprende al menos $0,01 \text{ gdm}^{-3}$ de tinte, preferiblemente al menos $0,1 \text{ gdm}^{-3}$, más preferiblemente al menos 1 gdm^{-3} , y lo más preferible al menos 10 gdm^{-3} .

La composición puede comprender adecuadamente hasta 200 gdm^{-3} de tinte, preferiblemente hasta 100 gdm^{-3} , más preferiblemente hasta 50 gdm^{-3} , y lo más preferible hasta 20 gdm^{-3} .

Las concentraciones de tinte dependerán del color y profundidad de tono que se requieran, y tales consideraciones son comunes para los expertos en la técnica.

- 5 La invención se describirá ahora adicionalmente con relación a los siguientes ejemplos no limitados.

EJEMPLOS

Ejemplo 1

En la Tabla 1 se detalla una composición de la invención, y se preparó mediante el método descrito.

Tabla 1

Producto químico	Cantidad g/l
Ácido fosforoso	160,6
Urea	327
Hidróxido de potasio	192
Disolución de hidróxido de amonio (35%)	65
Xilenosulfonato de sodio	0,5
Agua	600
Total =	1345,1g

- 10
- Disuélvase ácido fosforoso (160,6 g) en agua (500 ml), y después añádase urea (327 g).
 - Añádase hidróxido potásico (192 g) para ajustar el pH hasta pH 7.
 - Ajustese el pH hasta pH 9 usando hidróxido amónico (65 ml).
 - Complétese hasta un litro usando agua (100 ml).
- 15
- Fulárdese sobre tejido de algodón a ~100% de wpu (captación en húmedo).
 - Séquese a 120°C durante 60 segundos.
 - Cuézase a 200°C durante 90 segundos.
 - Rehidrátase (cuélguese/rocíese/vaporícese toda la noche).
 - Vuélvase a cocer a 200°C durante 90 segundos.
- 20
- Aclárese el tejido con agua.
 - Séquese al aire colgando la tela toda la noche.

“wpu” (captación en húmedo) describe el porcentaje de incremento en peso del tejido inmediatamente después de que el tejido ha sido tratado con un material líquido. De este modo, 100% de wpu representa que el peso del tejido es 100% más grande inmediatamente después del tratamiento.

- 25
- Cuando el tejido está seco, se puede teñir con una disolución de CI Basic Blue 47 (Astrazon Blue 3RL, Dystar); un tinte catiónico sustantivo a cualquier resto cargado negativamente tal como grupos P-O^- en el tejido. Esto permite una evaluación visual del grado de reacción, en particular lo que se cree que es la formación de monoéster de fosfito y diéster de fosfito durante el procesamiento (compuestos X e Y anteriores). La tinción del tejido tratado también revela la uniformidad del tratamiento.

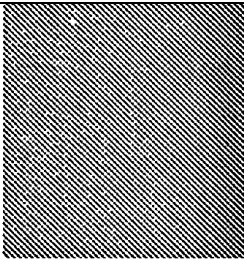
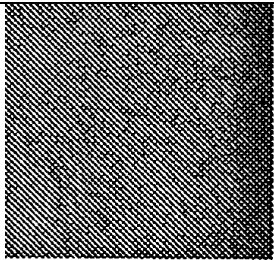
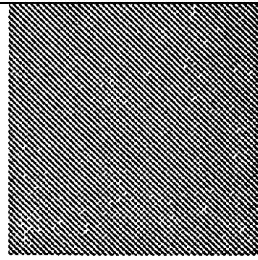
- 30
- El procedimiento de tinción es como sigue:

- Prepárese el licor de tinción: Astrazon Blue 3RL (1 g/l), Sandozin NIN (1 g/l), Ácido Acético 3 ml/l pH 4,5

- Sumérgase el tejido en la disolución de tinción a temperatura ambiente (~18°C) durante 5 minutos (relación de licor 10:1)
- Aclárese en agua corriente fría durante 5 minutos.
- Séquese el tejido teñido antes de la evaluación.

5 El tejido de algodón no tratado se tiñe débilmente debido al bajo número de grupos cargados negativamente en el tejido. El tejido que ha sido fulardado con el licor retardante de la llama (FR) (Tabla 1), que ha sido secado y después se ha cocido una vez, se tiñe muy fuertemente debido al mayor número de grupos cargados negativamente procedentes de la formación del monoéster de fosfito. El tejido que ha sufrido entonces una segunda cocción (recocción) se tiñe débilmente, lo que se cree que es debido a que los grupos de monoéster de fosfito forman grupos de diéster de fosfito, reduciendo efectivamente el número de grupos cargados negativamente. Los resultados de estos ensayos de tinción se muestran en la Tabla 2, a continuación.

Tabla 2

		
No tratado	Cocido una vez	Cocido dos veces

15 Antes del ensayo de llama, las muestras de tejido se sometieron a una técnica de humectación/limpieza apropiada, como se expone en los procedimientos de los estándar británicos. Tales estándar usados son BS5651:1978 (Procedimientos de limpieza y humectación para uso en la evaluación del efecto de limpieza y humectación sobre la inflamabilidad de tejidos textiles y montajes de tejidos); BS EN ISO 12138:1997 (Textiles - Procedimientos de lavado doméstico para tejidos textiles antes del ensayo de inflamabilidad); y BS EN ISO 6330:2001 (Textiles y procedimientos de lavado doméstico y secado para el ensayo de textiles).

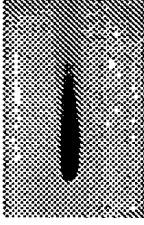
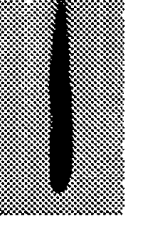
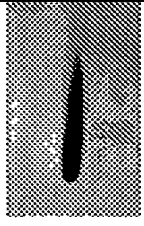
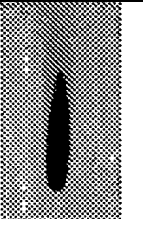
20 Típicamente, estos ensayos consisten en lavar el tejido a una relación de licor determinada, durante un período de tiempo y temperatura determinados. Los diferentes usos finales requieren diferentes comportamientos de lavado; sin embargo, una buena prueba patrón es como sigue: relación de licor 16:1, 60°C durante 12 minutos, aclarados de 3 minutos (repetidos 4 veces). Los ejemplos subsiguientes se han sometido al régimen de ensayo de lavado anterior.

25 El tejido se ensayó a la llama según el método expuesto en BS5438 (Métodos de ensayo para la inflamabilidad de tejidos textiles cuando se someten a una pequeña llama de ignición aplicada a la cara o borde inferior de muestras orientadas verticalmente), en el que el tejido es soportado en un bastidor vertical con una llama de butano de longitud específica aplicada perpendicular al tejido durante 15 segundos.

30 El estándar británico requiere que un tejido cumpla ciertos criterios a fin de pasar el estándar. El más importante de estos es que la longitud de la quemadura observada no debe exceder el tamaño del bastidor de ensayo (aproximadamente 15 cm). El resplandor que soporta un frente de llama y un orificio en la región quemada del tejido también son observaciones que dan como resultado un fallo del ensayo.

Los resultados se dan en la Tabla 3 a continuación:

Tabla 3: Resultados de los ensayos de llama sobre algodón tratado

Secado	Cocción 1	Cocción 2	Ensayos de solidez al lavado	
			0WFT	5WFT
120°C 60 s	200°C 90 s	NINGUNA		
			Pasa	Falla
120°C 60 s	200°C 90 s	200°C 90 s		
			Pasa	Pasa

0WFT significa que no está sometido a ensayos de solidez al lavado.

5WFT significa sometido a 5 ensayos de solidez al lavado.

- 5 Con esta formulación y procedimiento de tratamiento, se observa que se necesita una doble cocción a fin de producir una durabilidad con el lavado.

Ejemplos 2-6

Se prepararon composiciones adicionales de la invención como se detalla en la Tabla 4 usando métodos análogos a los descritos en el Ejemplo 1.

Tabla 4

Ejemplo	2	3	4	5	6
Ácido fosforoso (g/l)	160,6	160,6	160,6	105	160,6
Urea (g/l)	327		237,4	235,4	327
Hidróxido de potasio (g/l)	192		161	125,4	196
Disolución de hidróxido de amonio (35%, g/l)	65	250	67	44,7	26
Xilenosulfonato de sodio (g/l)	-	0,5	0,5	0,5	0,5
Cianato de potasio (g/l)	-	327	-		-
Agua (g/l)	600,5	499	597,5	665,1	650
Total (g/l)	1345,1	1237,1	1224	1176,1	1360,1
pH final	9	10,6	9	9,4	7,4

Ejemplos 7-33

Las disoluciones resultantes se secaron y se cocieron a las temperaturas y durante los períodos indicados, y opcionalmente se rehidrataron y se volvieron a cocer como se describió. Después de una cocción final, el tejido se aclaró con agua y se secó al aire colgando la tela toda la noche.

- 5 La rehidratación se logró colgando/rociando/vaporizando toda la noche.

Cuando el tejido está seco, se lavó y se tiñó según los procedimientos señalados en el Ejemplo 1.

Después de cualesquiera procedimientos de lavado relevantes, el tejido se ensayó a la llama según el método expuesto en BS5438 como se describe en el Ejemplo 1. Los resultados se dan en la Tabla 5 a continuación:

Tabla 5

Ejemplo	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Disolución del ejemplo	2	2	2	2	1	1	3	3	1	1	3	4	4	4
Temperatura de secado (°C)	120	120	120	120	-	-	-	-	-	-	-	120	120	120
Tiempo de secado (s)	60	60	60	60	-	-	-	-	-	-	-	60	60	60
1ª Temp. de cocción (°C)	200	200	200	200	170	170	170	170	180	180	180	200	200	200
1 ^{er} Tiempo de cocción (s)	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	45	45	45
¿Rehidratado?	Sí	Sí	No	No	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí
2º Temp. de cocción (°C)	200	200	-	-	170	170	170	170	180	180	180	200	200	200
2º Tiempo de cocción (s)	90	90	-	-	90	90	90	90	90	90	90	45	45	45
Nº de ensayos de solidez al lavado	0	5	0	5	0	5	0	5	0	12	0	0	12	24
Resultado	Pasa	Pasa	Pasa	Falla	Pasa	Falla	Falla	Falla	Pasa	Pasa	Falla	Pasa	Pasa	Pasa
Los fallos en esta tabla ayudan a aclarar el límite de concentración / tiempos y temperatura de cocción requeridos a fin de dar un comportamiento duradero con el lavado aceptable.														

Tabla 5 cont.

Ejemplo	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33
Disolución del ejemplo	5	5	5	5	5	5	6	6	6	6	6	6	1
Temperatura de secado (°C)	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120
Tiempo de secado (s)	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60	60
1ª Temp. de cocción (°C)	200	200	200	200	200	200	170	170	170	180	180	180	120
1 ^{er} Tiempo de cocción (s)	90	90	90	45	45	45	90	90	90	90	90	90	90
¿Rehidratado?	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí
2ª Temp. de cocción (°C)	200	200	200	200	200	200	170	170	170	180	180	180	120
2º Tiempo de cocción (°C)	90	90	90	45	45	45	90	90	90	90	90	90	90
Nº de ensayos de solidez al lavado	0	12	24	0	12	24	0	5	12	0	5	12	0
Resultado	Pasa	Falla	Falla	Pasa	Falla	Falla	Pasa	Falla	Falla	Pasa	Pasa	Pasa	Falla
Los fallos en esta tabla ayudan a aclarar el límite de concentración / tiempos y temperatura de cocción requeridos a fin de dar un comportamiento duradero con el lavado aceptable.													

Ejemplo 34

Una composición de la invención se detalla en la Tabla 6 y se preparó y aplicó al tejido mediante el método descrito.

5

Tabla 6

Producto químico	Cantidad gdm ⁻³
Ácido fosforoso	90
Urea	200
Hidróxido de potasio	108
Novacron Red FB	10

- Se disolvieron ácido fosforoso (90 gdm⁻³), urea (200 gdm⁻³), y Novacron Red FB (un colorante de monofluoro-s-triazina [Huntsman]) (10 gdm⁻³) en agua, y se ajustó hasta pH 10 con hidróxido potásico.
- Se fularó sobre tejido de algodón a 100% de wpu y después se procesó por lotes durante una hora.
- Se coció a 200°C durante 50 segundos.
- El tejido se sometió entonces a vapor continuamente antes de volver a cocer a 190°C durante otros 50 segundos.
- El tejido se aclaró entonces y se secó a aire colgando la tela toda la noche.

10

El tejido mostró un nivel de coloración roja con buena manipulación, y el ensayo demostró que se había producido un acabado FR duradero con el lavado. Igualmente, el tejido se puntuó como duradero con el planchado (el ángulo

15

de recuperación de la arruga en seco o WRA del tejido tratado >200° - mientras que el tejido no tratado tuvo un WRA de 130 °), y la solidez al lavado de la tinción fue excelente.

Ejemplo 35 (ejemplo de referencia que no es de la invención)

La composición detallada en la Tabla 7 se preparó mediante el método descrito.

5

Tabla 7

Producto químico	Cantidad g/l
Ácido fosforoso	160,6
Urea	327
Agua	600

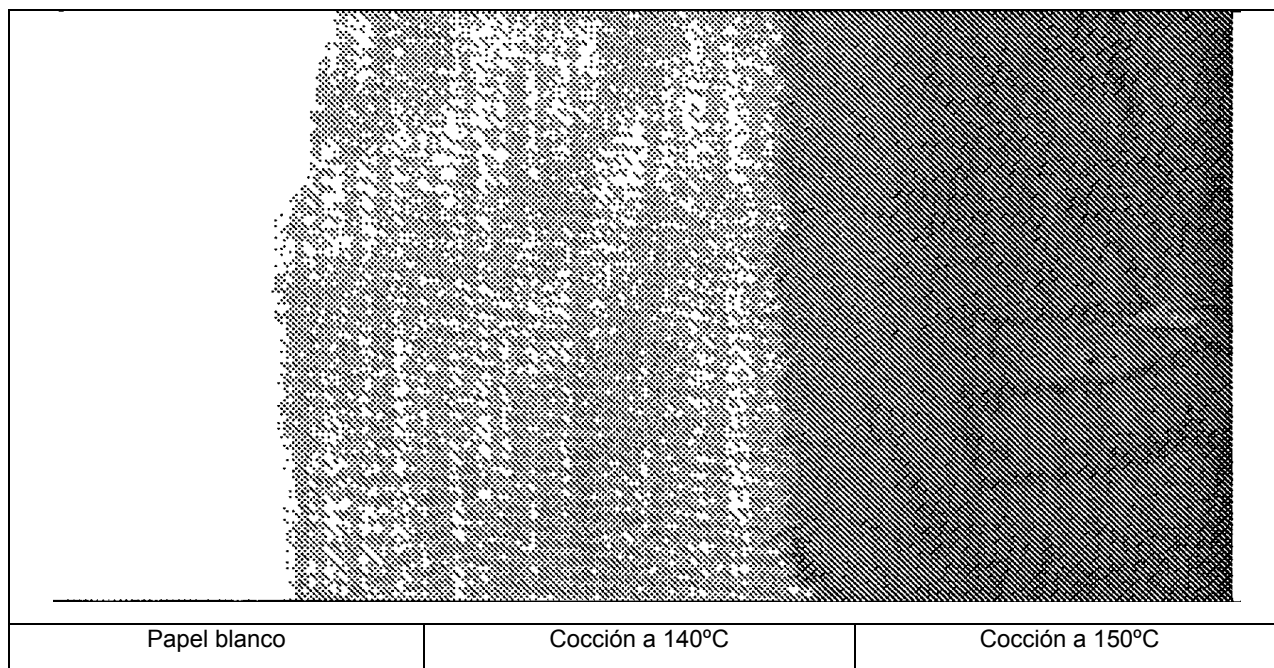
10

- Disuélvase ácido fosforoso (100 g) en agua (100 ml), y después añádase urea (100 g).
- Fulárdese sobre tejido de algodón a ~100% de wpu (captación en húmedo)
- Séquese a 120°C durante 60 segundos.
- Cuézase a 140°C o 150°C durante 20 minutos.
- Aclárese el tejido con agua.
- Séquese al aire colgando la tela toda la noche.

15

Después de la etapa de cocción, la muestra cocida a 140°C se pone de color marrón y tiene una resistencia del tejido muy baja. La muestra cocida a 150°C se pone de color marrón oscuro, y tiene una resistencia incluso menor. Esta última muestra, al aclararla con agua, se deshace debido a la pérdida total de resistencia del tejido. El color marrón y la pérdida de resistencia del tejido son debidos al reblandecimiento de la fibra por el ácido debido al pH bajo.

Tabla 8



20

Ejemplo 36

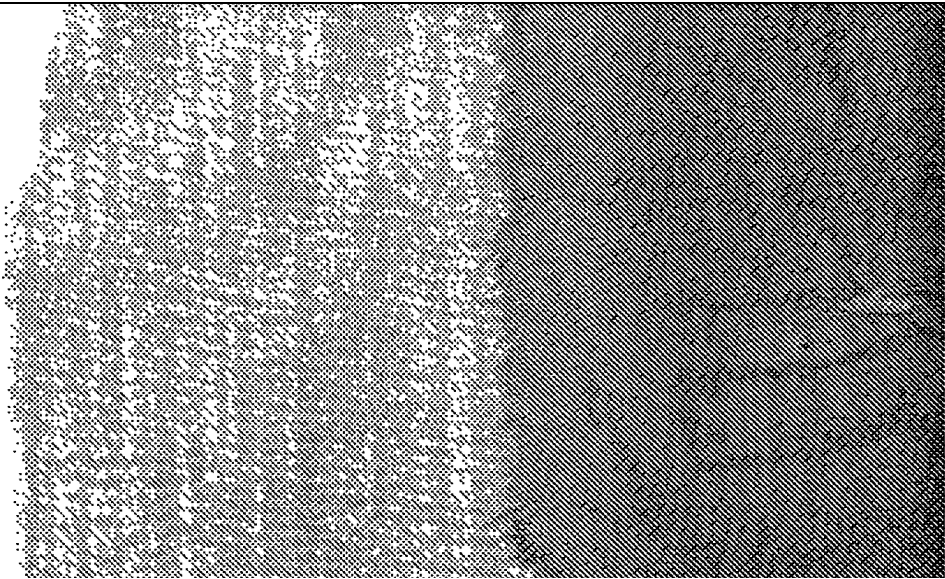
Se preparó una composición del Ejemplo 1 mediante el método descrito en el Ejemplo 1.

Esta se fulardó sobre papel de filtro (240 gm^{-2}) a $\sim 100\%$ de wpu (captación en húmedo); se secó a 120°C durante 60 segundos, se coció a 200°C durante 90 segundos, el papel se aclaró con agua y se secó al aire dejando el papel de filtro sobre la superficie de trabajo.

5 Cuando el papel estuvo seco, se aclaró cuidadosamente con agua del grifo y después se secó al aire toda la noche. Se puede llevar a cabo un ensayo de empapamiento empapando durante 30 minutos en un detergente que contiene agua.

Después de cualesquiera procedimientos de lavado relevantes, el papel se ensayó a la llama según el método expuesto en BS5438 como se describe en el ejemplo 1. Los resultados se dan en la Tabla 9 a continuación:

Tabla 8

		
Papel blanco	Cocción a 140°C	Cocción a 150°C

10

En uso comercial, habitualmente se aplica una resina polimérica al papel para proporcionar características de resistencia adicionales, lo que evitaría que la quemadura se rompiera.

Ejemplo 37

15 Se siguió el método del ejemplo 1, pero en este caso se impregnó un tejido de 100% de lana fulardando con una disolución de urea que también contenía 10 gdm^{-3} de un tensioactivo aniónico tal como Alcopol O (Huntsman). El tejido se fulardó entonces a través de una disolución de ácido fosforoso ajustada a pH 5 con hidróxido de potasio. Se obtuvieron propiedades retardantes de la llama satisfactorias.

20 En este caso se usó un procedimiento de dos fulardados: en una primera etapa se aplicó una composición que comprende urea, y en una segunda etapa se aplicó una composición que comprende ácido fosforoso y una base. Sería posible usar un único procedimiento de fulardado para aplicar una composición de, por ejemplo, el ejemplo 1 a un material de lana, si ha sido tratado primeramente mediante el método descrito en el documento PCT/GB2006/002955.

Ejemplos 38-64

25 Se prepararon composiciones adicionales de la presente invención y se aplicaron a un material mediante métodos análogos a los descritos con relación al ejemplo 1. Los resultados se muestran en la Tabla 10.

Beetle Resin PT764 es una resina de poliaminoamida-epiclorohidrina, disponible de BIP como una dispersión acuosa que contiene 25% en peso de material sólido.

Tabla 10

Ejemplo	38	39	40	41	42	43	44	45
Ácido fosforoso (gdm ⁻³)	160	160	200	200	240	240	240	240
Urea (gdm ⁻³)	327	327	300	300	360	360	180	180
Hidróxido de potasio (gdm ⁻³)	151	151	172	172	194	194	194	194
Beetle Resin PT765 (gdm ⁻³)	0	50	0	50	0	50	0	50
Agua (gdm ⁻³)	620	570	550	500	469	419	626	577
Total (gdm ⁻³)	1170	1176	1237	1238	1274	1274	1240	1241
pH final	5	5	5	5	5	5	5	5
Procedimiento								
Secado	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s
Cocción	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s
Rehidratación durante toda la noche	Sí	Sí	No	No	No	No	No	No
Recocción	180°C/60 s	180°C/60 s	No	No	No	No	No	No
Número de ensayos de lavado después de los cuales la muestra pasa el ensayo de la llama	12	12	12	12	12	12	12	12

Tabla 10 Cont.

Ejemplo	46	47	48	49	50	51	52	53
Ácido fosforoso (gdm ⁻³)	240	240	240	240	240	240	240	240
Urea (gdm ⁻³)	360	360	360	360	360	360	360	360
Hidróxido de potasio (gdm ⁻³)	194	194	194	194	194	194	194	194
Beetle Resin PT765 (gdm ⁻³)	50	50	50	50	50	50	50	50
Pigmento / Tinte (10 gdm ⁻³)	CI Pigment Black 7	CI Pigment Red 122	CI Pigment Blue 15:3	CI Pigment Yellow 151	CI Pigment Violet 19	CI Pigment Red 122	CI Vat Red 13	Índigo
Agua (gdm ⁻³)	419	419	419	419	419	419	419	419
Total (gdm ⁻³)	1274g	1274g	1274g	1274g	1274g	1274g	1274g	1274g
pH final	5	5	5	5	5	5	5	5
Procedimiento								
Secado	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s
Cocción	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s
Rehidratación durante toda la noche	No	No	No	No	No	No	No	No
Recocción	No	No	No	No	No	No	No	No
Durabilidad y capacidad retardante de la llama aceptables	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí

Tabla 10 Cont.

Ejemplo	54	55	56	57	58	59	60	61
Ácido fosforoso (gdm ⁻³)	240	240	240	240	0	0	0	0
Urea (gdm ⁻³)	360	360	360	360	0	0	0	0
Hidróxido de potasio (gdm ⁻³)	194	194	194	194	0	0	0	0
Beetle Resin PT765 (gdm ⁻³)	50	50	50	50	50	50	50	50
Pigmento / Tinte (20 gdm ⁻³)	Hidróxido de magnesio	Carbonato de calcio	Fosfato de aluminio	Fosfato de magnesio	Hidróxido de magnesio	Carbonato de calcio	Fosfato de aluminio	Fosfato de magnesio
Agua (gdm ⁻³)	419	419	419	419	419	419	419	419
Total (gdm ⁻³)	1274g	1274g	1274g	1274g	1274g	1274g	1274g	1274g
pH final	5	5	5	5	5	5	5	5
Procedimiento								
Secado	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s
Cocción	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s
Rehidratación durante toda la noche	No	No	No	No	No	No	No	No
Recocción	No	No	No	No	No	No	No	No
Durabilidad y capacidad retardante de la llama aceptables	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí	Sí

Tabla 10. cont.

Ejemplo	62	63	64
Ácido fosforoso (gdm ⁻³)	240	240	240
Urea (gdm ⁻³)	360	360	360
Hidróxido de potasio (gdm ⁻³)	194	194	194
Beetle Resin PT765 (gdm ⁻³)	50	50	50
Pigmento / Tinte (1gdm ⁻³)	Cl Reactive Violet 5	Cl Reactive Blue 19	Cl Reactive Red 23
Agua (gdm ⁻³)	419	419	419
Total (gdm ⁻³)	1274g	1274g	1274g
pH final	5	5	5
Procedimiento			
Secado	120°C/60 s	120°C/60 s	120°C/60 s
Cocción	180°C/60 s	180°C/60 s	180°C/60 s
Rehidratación durante toda la noche	No	No	No
Recocción	No	No	No
Durabilidad y capacidad retardante de la llama aceptables	Sí	Sí	Sí

Ejemplo 65

Se preparó una composición de la invención como se detalla en la tabla a continuación usando métodos análogos a los descritos en el Ejemplo 1.

5

Producto químico	Cantidad
Ácido fosforoso (Sol. al 70%)	342,8 g
Urea	360 g
Hidróxido de potasio (Sol. al 50%)	388 g
Beetle Resin PT765 (25% de sólidos)	50 g
Agua desionizada	175 ml
Peso total	1295 g

- Fulárdese sobre tejido de algodón a ~90% de wpu (captación en húmedo)
- Séquese a 130° durante 60 segundos.
- Cuézase a 180° durante 90 segundos.
- Aclárese el tejido con agua que contiene cloruro de magnesio (10 g/l).
- Aclárese el tejido con agua.
- Séquese el tejido a través del rame (horno) a 150°C durante 60 segundos.

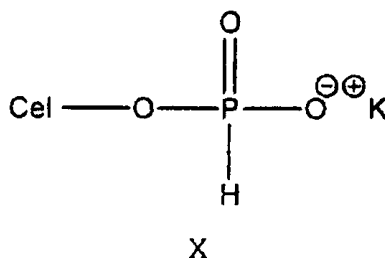
10

- Opcionalmente, hágase pasar el tejido a través de una máquina de calandria para darle al tejido un acabado lustroso suave.

El tejido tratado muestra una durabilidad y capacidad retardante de la llama suficientes para satisfacer los criterios expuestos en BS5867 parte 2 Tipo B. El uso del cloruro de magnesio como un postratamiento también satisface los requisitos de contracción.

REIVINDICACIONES

1. Un método para tratar un material que contiene celulosa para mejorar la capacidad retardante de la llama, comprendiendo el método aplicar al material urea, ácido fosforoso o una sal del mismo, y una base que comprende un catión metálico monovalente, en el que el catión metálico monovalente es potasio.
- 5 2. Un método según la reivindicación 1, en el que la urea, el ácido fosforoso o su sal, y la base que comprende un catión metálico monovalente se aplican simultáneamente.
3. Una composición retardante de la llama que comprende ácido fosforoso o una sal del mismo, urea y una base que comprende un catión metálico monovalente, en la que el catión metálico monovalente es potasio.
4. Una composición según la reivindicación 3, en la que la base es hidróxido potásico.
- 10 5. Una composición según la reivindicación 3 o reivindicación 4, que comprende además una resina polimérica catiónica soluble en agua o dispersable en agua.
6. Una composición según cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, que comprende además un pigmento.
7. Un método según la reivindicación 2, que comprende aplicar al material una composición como se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones 3 a 6.
- 15 8. Un método según la reivindicación 7, que comprende además una etapa (x) de curar la composición en el material.
9. Un método según la reivindicación 8, que comprende además una etapa (y) de rehidratar el material.
10. Un método según la reivindicación 9, que comprende además una segunda etapa de curado (z).
- 20 11. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, que comprende además tratar el material con una o más de:
 - (i) una composición ácida;
 - (ii) una composición que comprende una sal de amonio cuaternario; y
 - (iii) una composición que comprende una sal metálica.
- 25 12. Un método según la reivindicación 11, en el que el material se trata con una composición que comprende derivados de poliamina.
13. Un material que contiene celulosa tratado mediante el método de cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 o 7 a 12.
14. Un material según la reivindicación 13, que se proporciona con propiedades retardantes de la llama duraderas con el lavado.
- 30 15. Una composición de material que consiste en, o que comprende como el componente celulósico principal presente, un compuesto de fórmula general X,



en la que "Cel" representa el resto de un material celulósico.