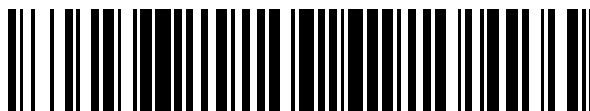


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 452 918**

51 Int. Cl.:

D01F 1/07 (2006.01)

D01F 6/90 (2006.01)

C08K 5/5313 (2006.01)

C07F 9/6571 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.11.2011** **E 11190598 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.01.2014** **EP 2597179**

54 Título: **Fibras de polímero retardadoras de llama y su uso así como tejido textil que contiene estas fibras de polímero**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.04.2014

73 Titular/es:

EMS-PATENT AG (100.0%)
Via Innovativa 1
7013 Domat/Ems, CH

72 Inventor/es:

BENDER, KLAUS y
SCHÄCH, GUNTHER

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 452 918 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

Fibras de polímero retardadoras de llama y su uso así como tejido textil que contiene estas fibras de polímero

La presente invención se refiere a fibras de polímero retardadoras de llama (fibras cortas y filamentos) de un combinado de polímeros de poliamida 6 y poliamida 66 así como al menos un agente ignífugo sin halógeno.

5 Las composiciones de polímeros retardadoras de llama, por ejemplo, a base de poliamidas, se usan a causa de su excelente perfil de propiedades para la producción de cuerpos de moldeo en múltiples campos de aplicación. En particular para componentes en la industria eléctrica y electrónica, a este respecto, es esencial que la composición de polímeros presente propiedades retardadoras de llama excelentes para garantizar, de este modo, una protección
10 suficiente contra incendio. No obstante, a este respecto, además de estas excelentes propiedades de protección contra incendio es importante que también las demás propiedades físicas, tales como, por ejemplo, módulo de elasticidad de tracción, resistencia a la rotura y alargamiento a la rotura, cumplan las exigencias predefinidas para los respectivos casos de aplicación.

Para la producción de poliamidas retardadoras de llama desde hace mucho tiempo se encuentran ya en aplicación técnica toda una serie de agentes ignífugos no reactivos. Sin embargo, los mismos se basan, la mayoría de las
15 veces, en sustancias que contienen halógeno o antimonio, que son indeseadas a causa de su potencial ecotoxicológico o genotoxicológico. Por este motivo entre tanto se emplean, preferentemente, agentes ignífugos sin halógeno.

Por el documento WO 2009/109347 A1 son conocidos agentes ignífugos sin halógeno que se basan en monómeros que contienen fósforo y que se aplican para composiciones de polímeros termoplásticos. El agente ignífugo
20 empleado en el presente caso posee un peso molecular medio superior a 20.000 y se emplea, preferentemente, para la producción de fibras de poliamida y fibras de poliéster en el procedimiento de hilado rápido.

El documento WO 2011/000457 A1 describe composiciones de polímeros ignifugadas de una poliamida o de un poli(tereftalato de butileno) que contienen un compuesto de fósforo seleccionado como agente ignífugo. También se describen piezas de moldeo formadas a partir de estas para aparatos eléctricos o electrónicos.

25 Además, el documento WO 2010/019746 A2 describe sistemas compuestos de polímeros ignifugados. Como agentes ignífugos se emplean en este caso organoarcillas en combinación con agentes ignífugos inorgánicos, tales como, por ejemplo, bromuro de potasio. Como sistemas de polímeros se mencionan en este caso poliamidas, poliésteres, poli(ácido láctico) (PLA), polipropileno y polímeros acrílicos. Los sistemas compuestos de polímeros se emplean en forma de fibras ignifugadas o alfombras ignifugadas.

30 Sin embargo, todos los sistemas ignifugados descritos en el estado de la técnica tienen en común que en este caso se tienen que asumir con frecuencia claras mermas con respecto a las demás propiedades físicas, por ejemplo, resistencia, alargamiento o resistencia a abrasión. Esto conduce a una clara reducción de la variedad de uso de tales polímeros, ya que las propiedades mencionadas en último lugar son imprescindibles en los campos de aplicación.

35 Por tanto, el objetivo de la presente invención era facilitar fibras de polímero retardadoras de llama que presentasen, además de las propiedades ignífugas, también propiedades mejoradas con respecto a resistencia, alargamiento y resistencia a la abrasión.

Este objetivo se resuelve mediante la fibra de polímero retardadora de llama con las características de la reivindicación 1 así como el tejido textil con las características de la reivindicación 14. Las demás reivindicaciones dependientes especifican perfeccionamientos ventajosos. En la reivindicación 16 están especificados usos de
40 acuerdo con la invención.

De acuerdo con la invención se facilita una fibra de polímero retardadora de llama de un combinado de polímeros de poliamida 6 y poliamida 66 con una composición que comprende los siguientes componentes:

I) del 60 al 90 % en peso de poliamida 66,

45 II) del 6 al 28 % en peso de poliamida 6,

III) del 4 al 12 % en peso de al menos un agente ignífugo sin halógeno de un policondensado de

a) al menos un monómero que contiene fósforo que está seleccionado de productos de adición de

a1) 10-óxido de 9,10-dihidro-9-oxa-10-fosfafenantreno (DOPO) y/o derivados de DOPO sustituidos en el núcleo a

50 a2) compuestos insaturados del grupo de los ácidos carboxílicos mono- y polibásicos y sus anhídridos y

b) al menos un monómero formador de éster seleccionado del grupo de los alcoholes mono- o polihidroxílicos

y sus mezclas.

En una forma de realización preferente, la fibra de polímero de acuerdo con la invención comprende la siguiente composición:

- I) del 75 al 86 % en peso, en particular del 80 al 85 % en peso de poliamida 66,
- 5 II) del 7 al 15 % en peso, en particular del 7,5 al 11 % en peso de poliamida 6,
- III) del 7 al 10 % en peso, en particular del 7,5 al 9 % en peso de al menos un agente ignífugo sin halógeno del policondensado.

10 Son ácidos mono- o dicarboxílicos insaturados preferentes para la reacción con DOPO ácido sórbico, ácido acrílico, ácido crotónico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido endometilentetrahidroftálico, ácido mesacónico, ácido tetrahidroftálico y ácido itacónico así como sus anhídridos. Son particularmente preferidos ácido itacónico, ácido maleico y sus anhídridos. Lo más preferente es ácido itacónico.

15 Como monómeros formadores de éster para la formación del agente ignífugo de acuerdo con la invención se emplean, preferentemente, alcoholes mono- y polihidroxílicos saturados. Son monómeros formadores de éster particularmente preferidos alcoholes dihidroxílicos alifáticos tales como, por ejemplo, monoetilenglicol, dietilenglicol, propilenglicol, 1,3-propanodiol, 1,3-butanodiol, neopentilglicol, hexanodiol y 1,10-decanodiol. Son alcoholes polihidroxílicos preferidos isocianurato de tris-2-hidroxiétilo (THEIC), glicerina, trimetiloetano, trimetilolpropano y pentaeritritol así como alcoholes de azúcar tales como manitol. Un alcohol particularmente preferido es dietilenglicol.

Preferentemente se trata de un poliéster con del 5 al 9 % en peso de fósforo y, de forma particularmente preferente, de un poliéster con del 7,5 al 8,5 % en peso de fósforo.

20 Sorprendentemente se encontró que un combinado de polímeros de poliamida 6 y poliamida 66, con poliamida 66 como componente principal, junto con el agente ignífugo sin halógeno de acuerdo con la invención, resiste el ensayo de llama según FAR 25.853 (Apéndice F, Parte 1, 12 Segundos disponible en la Federal Aviation Association) y además, dependiendo de la composición del combinado, presente propiedades textil-mecánicas incluso mejores que una fibra pura de poliamida 66. Como indicador de las propiedades textil-mecánicas sirve el producto de la resistencia en cN/dtex, de la raíz cuadrada del alargamiento en porcentaje y del logaritmo decimal (log) del número de ciclos hasta el desgarro de la fibra en el ensayo de frotado con alambre, mediante el cual se cuantifica la abrasión. Esto es sorprendente a causa de que en general la PA 6 presenta mejores propiedades textil-mecánicas que la PA 66, empeorando además la adición de un agente ignífugo sin halógeno las propiedades textil-mecánicas espectacularmente. A causa de las propiedades de llama muy desventajosas de PA 6 es forzoso el uso de PA 66 como componente principal.

Además de las propiedades textil-mecánicas muy buenas, las fibras de acuerdo con la invención como propiedad positiva adicional presentan una resistencia frente a la eliminación por lavado del agente ignífugo.

35 En una forma de realización preferente, la fibra de polímero de acuerdo con la invención contiene al menos un aditivo. Con respecto a la cantidad total de PA 6, PA 66 y el agente ignífugo de acuerdo con la invención están añadidos estos aditivos en del 0,001 al 5 % en peso, preferentemente del 0,01 al 4 % en peso, de forma particularmente preferente del 0,1 al 2 % en peso, de forma muy particularmente preferente del 0,1 al 1 % en peso y mucho más preferentemente del 0,1 al 0,5 % en peso.

En otra forma de realización preferente, la fibra de polímero de acuerdo con la invención presenta la siguiente composición:

- 40 IV) del 75 al 85,99 % en peso, en particular del 80 al 84,9 % en peso de poliamida 66,
- V) del 7 al 11 % en peso, en particular del 7,5 al 9 % en peso de poliamida 6,
- VI) del 7 al 10 % en peso, en particular del 7,5 al 9 % en peso de al menos un agente ignífugo sin halógeno del policondensado
- VII) del 0,01 al 4 % en peso, en particular del 0,1 al 2 % en peso del al menos un aditivo.

45 En el sentido de la invención se añade el al menos un aditivo solo en cantidades que permiten que para la fibra de polímero se obtengan propiedades textil-mecánicas superiores a 100 cN/dtex.

Preferentemente se añade el al menos un aditivo en cantidades que permiten que las fibras de polímero cumplan las especificaciones del ensayo de llama según FAR 25.853.

50 Se prefiere además que el al menos un aditivo se añada en una cantidad que la fibra de polímero presente un índice de calidad en el intervalo de 28 a 50.

El al menos un aditivo es, preferentemente, otro agente ignífugo y, a este respecto, se selecciona de forma particularmente preferente del grupo de compuestos que contienen nitrógeno, compuestos que contienen nitrógeno y fósforo y mezclas de los mismos.

5 El al menos un aditivo puede estar seleccionado además, preferentemente, de estabilizantes inorgánicos, estabilizantes orgánicos, colorantes y marcadores, pigmentos inorgánicos, pigmentos orgánicos, agentes de mateado, absorbedores de IR, estabilizantes térmicos, antiestáticos, agentes antiadherencia, agentes de nucleación, aceleradores de la cristalización, retardadores de la cristalización, aditivos prolongadores de cadena, aditivos de conductividad, negro de humo, grafito, nanotubos de carbono, blanqueadores ópticos, aditivos fotocromicos, reticulantes, agentes de intumescencia, otros polimeros y/o mezclas de los mismos.

10 Como aditivo se añaden preferentemente agentes de mateado. A este respecto es un agente de mateado particularmente preferente el dióxido de titanio.

En una forma de realización preferente no están contenidos filosilicatos.

15 La fibra de polímero presenta, preferentemente, propiedades textil-mecánicas (determinadas mediante el producto de la resistencia en cN/dtex, la raíz cuadrada del alargamiento en % y el logaritmo decimal del número de los ciclos hasta el desgarro de la fibra en el ensayo de frotado con alambre) superior a 100 cN/dtex, preferentemente superior a 110 cN/dtex, de forma particularmente preferente superior a 120 cN/dtex, aún más preferentemente superior a 140 cN/dtex y mucho más preferentemente superior a 160 cN/dtex.

20 La fibra de polímero presenta, preferentemente, una resistencia a la abrasión en el ensayo de frotado con alambre de 10000 a 50000 ciclos, de forma particularmente preferente de 11000 a 50000 ciclos y de forma aún más preferente de 12500 a 50000 ciclos hasta la rotura de la fibra.

La fibra de polímero presenta, preferentemente, una resistencia en [cN/dtex] de 3,5 a 6,0, de forma particularmente preferente de 4,0 a 5,8 y de forma aún más preferente de 4,2 a 5,5.

La fibra de polímero presenta, preferentemente, un alargamiento del 30 al 120 %, de forma particularmente preferente del 40 al 110 % y de forma en especial preferente del 60 al 105 %.

25 La fibra de polímero presenta, preferentemente, propiedades textil-mecánicas de más de 100 cN/dtex, siendo la resistencia a la abrasión en el ensayo de frotado con alambre superior a 10000.

La fibra de polímero presenta, preferentemente, propiedades textil-mecánicas de más de 100 cN/dtex, siendo la resistencia superior a 4,0 cN/dtex.

30 La fibra de polímero presenta, preferentemente, propiedades textil-mecánicas de más de 100 cN/dtex, siendo el alargamiento superior al 60 %.

La fibra de polímero presenta, preferentemente, un índice de calidad de 28 a 50, preferentemente de 30 a 45 y de forma particularmente preferente de 34 a 45.

35 Preferentemente, la fibra de polímero presenta una elevada resistencia a extracción que se mide mediante la extracción de 5 g de la fibra de polímero en 150 ml de agua desionizada a lo largo de tres horas a 98 °C, difiriendo el contenido de fósforo antes y después de la extracción menos del 2,5 %, preferentemente menos del 1,5 %.

De acuerdo con la invención se facilita también un tejido textil que contiene fibras de polímero retardadoras de llama, tal como se han descrito anteriormente.

40 Las fibras de polímero retardadoras de llama se usan para la producción de tejidos textiles para el empleo en medios de transporte móviles, en particular en aviones, trenes y automóviles. En estos medios de transporte móviles se aplican preferentemente como fundas de asientos, alfombras o visillos. Además se usan en visillos, cortinas y fundas de asientos en edificios públicos tales como cines, teatros y restaurantes así como para telas de revestimiento y protectoras, para revestimientos de suelo textiles, acolchados de asientos y telas de funda para muebles.

Mediante los siguientes ejemplos se explicará con más detalle el objeto de acuerdo con la invención sin querer limitar el mismo mediante las formas de realización específicas mostradas en el presente documento.

45 Ejemplos

A continuación se describen con más detalle fibras de polímero, tal como son conocidas por el estado de la técnica así como fibras de polímero de acuerdo con la invención, con respecto a su producción y sus propiedades.

Para la producción se emplearon los siguientes materiales de partida:

- 50 - PA66 (Radici Radipol A45, BASF Ultramid A 3401)
- PA 6 (EMS Grilon A26)

- Protección contra llama: Ukanol FR 80 (Schill + Seilacher)
- Protección contra llama: Cloisite 20A (Rockwood Additives Ltd.)
- Protección contra llama: FR-Masterbatch CF-50B937 (IQAP Masterbatch Group S. L.)

Para los siguientes componentes se realiza un secado o acondicionado:

- 5 - PA66 y PA6 se acondicionaron a la humedad adecuada para el hilado (PA66 Radici Radipol A45: H₂O: 0,07 % en peso, VR = 1,85, PA6 EMS Grilon A26: H₂O: 0,04 % en peso, VR = 1,77, PA66 BASF Ultramid A 3401: H₂O: 0,04 % en peso, VR = 2,06, VR en todos los casos medida según DIN51562-1 (0,5 % de PA en *m*-cresol; preparación de muestra: agitado durante 90 minutos a 95 °C, después refrigerado a 20 °C y medido a esta temperatura)).
- 10 - Ukanol FR 80 se secó en un secador oscilante al vacío a una humedad del 0,2 % durante 24 h a 55 °C PT y vacío de 100 Pa (1 mbar) [H₂O: 0,271 % en peso, VR = 1,202, medida según DIN51562-1 (1 % de Ukanol FR80 en *m*-cresol; preparación de muestra: agitado durante 90 minutos a 95 °C, después refrigerado a 20 °C y medido a esta temperatura)].

15 Como mezclas de materias primas se preparó en primer lugar una mezcla madre de, por ejemplo, PA66 (Radipol A45)/PA6 (Grilon A26)/Ukanol FR80, realizándose la preparación de la mezcla madre con una extrusora de dos husillos, por ejemplo, 43/32/25 (proporción de los componentes PA66/PA6/FR80) para el 8 % de concentración final de FR80. Una segunda variante preveía que se suministrara la mezcla de sustancias en bruto directamente a la extrusora de hilado.

20 La extrusión y el hilado se realizaron de tal manera que la fusión de la mezcla de materias prima se realizó con una extrusora de hilado mediante distribución a la bomba de hilado o a las bombas de hilado a través de conducciones de distribuidor de masa fundida en repartidores escalonados de hilado. La temperatura de la masa fundida ascendió a 260-300 °C.

25 La dosificación de la cantidad de masa fundida se realizó mediante suministro al paquete de hilado con distribución posterior de la masa fundida de polímero en el paquete de hilado a orificios individuales de tobera y extrusión a 260-300 °C a través de capilares finos a la columna refrigerante por debajo de la hilera. A este respecto, la geometría de los orificios de la tobera depende del título de hilado (0,25-0,8 mm, L/D=2).

La refrigeración de la masa fundida de polímero se realizó acelerando en la columna refrigerante los filamentos de la velocidad de extrusión (5-15 m/min) a la velocidad de retirada (400-1500 m/min) y refrigerándolos con el aire de soplado (5-20 kg aire/kg PA, 20-30 °C).

30 Antes del contacto con las poleas de cristal de retirada se preparan los filamentos con del 0,1 a 0,4 % en peso de un avivador de hilado disponible en el mercado. El avivador se optimiza en el proceso de estiramiento y el procesamiento posterior de las fibras. Para esto se usan antiestáticos y lubricantes (por ejemplo, éster de ácido fosfórico con alcoholes etoxilados, ésteres de ácido fosfórico neutralizados y ésteres de poliglicol de ácido grasos). El avivador únicamente es un coadyuvante de procesamiento y no se tiene que considerar un aditivo en el sentido de la invención.

35 A continuación se realizó el estiramiento después de dos procesos. Mientras que en el proceso de un paso directamente a partir de poleas de cristal de retirada en las poleas de cristal de estiramiento se estiró con factor de estiramiento 2-4, en el proceso de dos pasos se realizó la colocación del material retirado en bidones. Se dispusieron múltiples bidones en un tren de estiramiento y a 100-300 m/min se estiró el haz de filamentos 2-5 veces.

40 La fijación de las fibras se realizó tratando térmicamente los filamentos durante y después del procedimiento de estiramiento con tensión (T: 80-200 °C) y después del procedimiento de estiramiento sin tensión (130 °C-180 °C).

Los filamentos se texturizaron y bobinaron. Para producir fibras cortas, los filamentos se rizaron o texturizaron y a continuación también se cortaron (30-140 mm). La longitud de corte dependía de las exigencias del procesamiento posterior en el hilado secundario.

45 Los datos experimentales que demuestran las propiedades positivas de los combinados descritos están resumidos en las Tablas 1 y 2. La resistencia a abrasión (DST = recorridos de frotado con alambre) de las fibras de las Tablas 1 y 2 se determinó según diferentes procedimientos de ensayo dependientes del título de las fibras.

En la Tabla 1 están caracterizadas en primer lugar fibras con un título de aproximadamente 11 dtex, empleándose en el presente documento el agente ignífugo de acuerdo con la invención Ukanol FR80.

50 Antes de la determinación de las propiedades textil-mecánicas se acondicionaron las fibras de polímero en primer lugar durante 3 horas a 21 °C y el 60 % de humedad relativa del aire.

Antes de la determinación de la viscosidad relativa se desavivaron las fibras de polímero y se acondicionaron durante 2 h a 90 °C en una estufa de secado al vacío.

Se usaron los siguientes procedimientos de medición:

ES 2 452 918 T3

5 Ensayo de frotado con alambre: la fibra se carga con un peso de pre-tensión (0,5 g/dtex) y se pone con 90° de abrazamiento sobre un alambre de wolframio de 100 µm de diámetro. Las fibras (26 fibras por medición) se frotran con una longitud de carrera de 5 mm y una frecuencia de 120 ciclos/min sobre el alambre de wolframio (combinación de esfuerzo de flexión y frotado). Se mide la cantidad de los ciclos hasta la rotura de la fibra. Después de la anulación del máximo y del mínimo valor se forma el valor medio.

Viscosidad relativa: de acuerdo con DIN 51562-1 se disuelven 0,5 g de la fibra de polímero en 100 ml de *m*-cresol y se agitan durante 90 minutos a 95 °C, después se refrigera a 20 °C y se mide a esta temperatura.

10 Título: el título se determina de acuerdo con ISO 1973 en un Vibroskop 400 / Vibrodyn 400 de la empresa Lenzing. Se trabaja según el principio del vibroscopio. Las mediciones se llevan a cabo en 25 fibras individuales de una muestra mixta homogénea. Se indica la finura media con 2 dígitos significativos.

15 Resistencia/Alargamiento: la resistencia y el alargamiento se determinan en un Vibroskop 400 / Vibrodyn 400 de la empresa Lenzing de acuerdo con ISO 5079. La longitud de fijación asciende a 25 mm y se llevan a cabo las mediciones en 25 fibras de una muestra mixta homogénea. El peso de pre-tensión y la velocidad se seleccionan dependiendo del título (fibra con aproximadamente 3 dtex: peso de pre-tensión 200 mg, velocidad 25 mm/min; fibra con aproximadamente 11 dtex: peso de pre-tensión de 600 mg, velocidad 25 mm/min).

20 Ensayo de llama: el ensayo de llama se llevó a cabo según FAR 25.853, Apéndice F, Parte 1, 12 Segundos disponible en la Federal Aviation Association. Los ejemplos y ejemplos comparativos que cumplieron con el ensayo se marcaron en las tablas con (+) y los ejemplos o ejemplos comparativos que no cumplieron con el ensayo, con (-). Se ensayaron telas no tejidas con 500 a 600 g/m².

Tabla 1

Composición	EC1	EC2	EC3	EC4	E1	E2	E3	EC5
PA6 [% en peso]	100	0	90	0	24	10	24	4
PA 6 tipo	A 26	-	A 26	-	A 26	A 26	A 26	-
PA66 [% en peso]	0	100	0	92	68	82	68	88
PA 66 tipo	-	A 45	-	A 45	A 45	A 45	A 3401	-
FR80 [% en peso]	0	0	10	8	8	8	8	8
Propiedades	 	 	 	 	 	 	 	
Contenido de P [% en peso]	0	0	0,75	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
FAR 25.853 ^{a)}	-	-	-	+	+	+	+	+
Título [dtex]	10,6	11,1	10,9	11,7	11,4	12,0	11,4	12,0
Resistencia [cN/dtex]	5,2	4,9	4,5	2,9	4,8	4,2	5,2	2,9
Alargamiento [%]	89	69	89	69	95	70	62	63
VR en <i>m</i> -cresol	1,75	1,81	1,69	1,66	1,72	1,70	1,90	1,70
DST absoluto	14900	12600	9800	3900	12800	18200	49500	10500
DST relativo [%]	118	100	78	31	102	144	393	83

(continuación)

Composición	EC1	EC2	EC3	EC4	E1	E2	E3	EC5
Índice de calidad [cN/dtex] ^{b)}	49	41	42	24	47	35	41	23
Propiedades textil-mecánicas [cN/dtex] ^{c)}	204	167	170	86	192	149	192	92

a) Se ensayaron telas no tejidas con 500 a 600 g/m²;

b) Producto de resistencia [cN/dtex] y raíz cuadrada del alargamiento [%];





c) Producto de resistencia [cN/dtex], raíz cuadrada del alargamiento [%] y log DST absoluto.

5 Los ejemplos comparativos se seleccionaron de tal manera que se examinaron un sistema de PA6 puro (EC 1), un sistema de PA66 puro (EC 2), un sistema de PA6 ignifugado (EC 3), un sistema de PA66 ignifugado (EC 4) y un combinado con reducida parte de PA6 (EC5). Al mismo tiempo se examinaron los ejemplos de acuerdo con la invención E1 a E3 que contenían tanto PA6, PA66 como el agente ignífugo Ukanol FR80.

10 Por consiguiente, solo los ejemplos de acuerdo con la invención E1 a E3 y los ejemplos comparativos (EC 4 y EC5) presentaban propiedades ignífugas que cumplían la especificación del ensayo de llama según FAR 25.853. La comparación de E1 con E3 hace evidente que la viscosidad no tiene ninguna influencia sobre las propiedades textil-mecánicas y las propiedades ignífugas.

15 Se mostró que PA6 (EC 1) presenta propiedades textil-mecánicas claramente mejores que PA66 (EC 2). La adición del agente ignífugo Ukanol FR80 conduce a un empeoramiento drástico adicional de las propiedades textil-mecánicas. Esto es evidente en particular mediante la comparación de PA66 puro (EC 2) frente al PA66 (EC 4) ignifugado. En la comparación con respecto al sistema ignifugado sin PA6 (EC4), los ejemplos de acuerdo con la invención E1 a E3 muestran propiedades textil-mecánicas claramente mejoradas.

Tabla 2

Composición	EC6	EC7	E4 ^{a)}	E5
PA6 [% en peso]	0	0	10	10
PA 6 tipo	-	-	A 26	A 26
PA66 [% en peso]	100	96	82	82
PA 66 tipo	A 45	A 45	A 45	A 45
FR80 [% en peso]	0	4	8	8
Propiedades				
Contenido de P [% en peso]	0	0,3	0,6	0,6
FAR 25.853 ^{b)}	-	-	+	+
Título [dtex]	2,9	2,8	2,8	2,9
Resistencia [cN/dtex]	4,7	5,5	4,4	4,5
Alargamiento [%]	90	56	105	105
VR en <i>m</i> -cresol	1,77	1,70	1,81	1,81
DST absoluto	24000	6900	27300	27900
DST relativo [%]	100	29	114	116
Índice de calidad [cN/dtex] ^{c)}	45	41	45	46
Propiedades textil-mecánicas [cN/dtex] ^{d)}	195	158	200	204

a) FR80 incluido mediante dosificación directa;

- b) Se ensayaron telas no tejidas con 500 a 600 g/m²;
- c) Producto de resistencia [cN/dtex] y raíz cuadrada del alargamiento [%];
- d) Producto de resistencia [cN/dtex], raíz cuadrada del alargamiento [%] y log DST absoluto.

5 En la Tabla 2 se comparó un sistema de PA66 (EC 6) y sistema de PA66 ignifugado (EC 7) con las composiciones de acuerdo con la invención E4 y E5.

También para las fibras usadas en el presente documento con menor título se muestra con respecto a las propiedades textil-mecánicas que la adición de acuerdo con la invención de PA6 al sistema de polímero ignifugado conduce a una mejora drástica de las propiedades textil-mecánicas.

10 En la Tabla 3 están caracterizadas fibras con un título de aproximadamente 11 dtex, empleándose en este caso como agente ignífugo organoarcilla y/u otro agente ignífugo (IQAP-FR).

Tabla 3

Composición	EC8	EC9	EC10
PA6 [% en peso]	10	10	10
PA6 tipo	A 26	A 26	A 26
PA66 [% en peso]	85,0	83,2	80,2
PA 66 tipo	A 45	A 45	A 45
MB IQAP-FR	5,0	5,0	0
Organoarcilla ^{a)}	0	1,8	1,8
FR80 [% en peso]	0	0	8
Propiedades	X	X	X
FAR 25.853 ^{b)}	-	-	-
Título [dtex]	11,4	10,4	11,7
Resistencia [cN/dtex]	4,2	3,7	3,3
Alargamiento [%]	111	114	61
VR en <i>m</i> -cresol	1,7	1,7	1,8
DST absoluto	17500	7800	6400
DST rel. [%]	144 ^{e)}	62 ^{e)}	51 ^{e)}
Índice de calidad ^{c)}	44	40	26
Propiedades textil-mecánicas [cN/dtex] ^{d)}	187	153	98

- a) Organoarcilla: Cloisite 20A;
- b) Se ensayaron telas no tejidas con 500 a 600 g/m²;
- c) Producto de resistencia [cN/dtex] y raíz cuadrada del alargamiento [%];
- d) Producto de resistencia [cN/dtex], raíz cuadrada del alargamiento [%] y log DST absoluto;
- e) con respecto a EC2.

15 Se han examinado además sistemas de polímero ignifugados en los que se empleó otro agente ignífugo (Tabla 3). Como agente ignífugo se empleó en este caso organoarcilla y un agente ignífugo con la denominación IQAP-FR así como organoarcilla y el Ukanol FR80 de acuerdo con la invención.

20 En la tabla se puede ver que la adición mediante mezcla de una organoarcilla como agente ignífugo empeora las propiedades textil-mecánicas, esto se ve de la comparación de EC8 con EC9. Además ni la combinación de IQAP y organoarcilla ni la combinación de Ukanol FR80 y organoarcilla (EC10) resisten el ensayo de combustión según FAR 25.853. Con el uso de solo el 1,8 % de la organoarcilla y el 8 % del agente ignífugo de acuerdo con la invención (EC10) disminuyen las propiedades textil-mecánicas a <100 cN/dtex. La adición con mezcla de una organoarcilla que es conocida por el estado de la técnica para agentes ignífugos inorgánicos, conduce en el caso de los agentes ignífugos de acuerdo con la invención a propiedades negativas. De estos exámenes comparativos se puede deducir que solo con el agente ignífugo empleado de acuerdo con la invención Ukanol FR80 mediante adición con

combinado de PA6 a PA 66 se resiste el ensayo de llama según FAR 25.583 y se obtienen propiedades textilmecánicas mejores que para PA 66. Si por el contrario se emplea IQAP-FR o la combinación IQAP-FR o FR 80 con organoarcilla como agente ignífugo, en este caso resultan peores valores que para la fibra de PA66 sin aditivos.

5 Además, las fibras de acuerdo con la invención, como se muestra en la Tabla 4, disponen de una resistencia muy buena a la eliminación por lavado. Se sometieron a extracción en 150 ml de agua desionizada 5 g de la fibra de polímero de acuerdo con la composición del Ejemplo 2 . Para esto se puso la fibra en primer lugar en un baño de agua caliente a 23 °C, regulable en su temperatura (Labomat) y se calentó con una velocidad de calentamiento de 1,5 °C por minuto a 98 °C. A esta temperatura se continuó la extracción durante 3 horas. Después de la extracción se centrifugó la fibra de polímero y se secó a 23 °C. El contenido de fósforo se determinó antes y después de la extracción mediante ICP = plasma de acoplamiento inductivo (disgregación de la muestra con ácido nítrico y medición en un Varian 720-ES). El contenido de fósforo determinado después de la extracción se encontraba solo aproximadamente el 1 % por debajo del contenido de fósforo antes de la extracción.

Tabla 4

	Contenido de P [ppm]
Antes de la extracción	5953
Después de la extracción	5891
Diferencia	62

REIVINDICACIONES

1. Fibra de polímero retardadora de llama de un combinado de polímeros de poliamida 6 y poliamida 66 con una composición que comprende:
- 5 I) del 60 al 90 % en peso de poliamida 66,
II) del 6 al 28 % en peso de poliamida 6,
III) del 4 al 12 % en peso de al menos un agente ignífugo sin halógeno de un policondensado de
- a) al menos un monómero que contiene fósforo seleccionado de productos de adición de
- 10 a1) 10-óxido de 9,10-dihidro-9-oxa-10-fosfafenantreno (DOPO) y/o derivados de DOPO sustituidos en el núcleo a
a2) compuestos insaturados del grupo de los ácidos carboxílicos mono- y polibásicos y sus anhídridos y
- b) al menos un monómero formador de éster seleccionado del grupo de los alcoholes mono- o polihidroxílicos y sus mezclas.
2. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada porque** la composición de la fibra de polímero contiene al menos un aditivo.
- 15 3. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes con la siguiente composición:
- I) del 75 al 85,99 % en peso, en particular del 80 al 84,9 % en peso de poliamida 66,
II) del 7 al 11 % en peso, en particular del 7,5 al 9 % en peso de poliamida 6,
20 III) del 7 al 10 % en peso, en particular del 7,5 al 9 % en peso de al menos un agente ignífugo sin halógeno del policondensado
IV) del 0,01 al 4 % en peso, en particular del 0,1 al 2 % en peso del al menos un aditivo.
4. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** la composición de la fibra de polímero con respecto a la cantidad total de PA 66 I), PA 6 II) y agente ignífugo III) contiene del 0,001 al 5 % en peso, preferentemente del 0,01 al 4 % en peso, de forma particularmente preferente del 0,1 al 2 % en peso y lo más preferentemente del 0,1 al 1 % en peso del al menos un aditivo.
- 25 5. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** el producto de la resistencia en cN/dtex, la raíz cuadrada del alargamiento en % y el logaritmo decimal del número de ciclos hasta el desgarro de la fibra en el ensayo de frotado con alambre es superior a 100 cN/dtex, preferentemente superior a 110 cN/dtex, de forma particularmente preferente superior a 120 cN/dtex, de forma aún más preferente superior a 140 cN/dtex y lo más preferentemente superior a 160 cN/dtex.
- 30 6. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** la fibra de polímero muestra una resistencia a la abrasión en el ensayo de frotado con alambre de 10000 a 50000 ciclos, preferentemente de 11000 a 50000 y de forma particularmente preferente de 12500 a 50000 hasta la rotura de la fibra.
- 35 7. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** la fibra de polímero presenta un índice de calidad de 28 a 50, preferentemente de 30 a 45 y de forma particularmente preferente de 34 a 45.
8. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** la fibra de polímero presenta una resistencia en [cN/dtex] de 3,5 a 6,0, preferentemente de 4,0 a 5,8 y de forma particularmente preferente de 4,2 a 5,5.
- 40 9. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** la fibra de polímero presenta un alargamiento de 20 a 120, preferentemente de 40 a 110 y de forma particularmente preferente de 60 a 105.
10. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** las fibras cumplen con las especificaciones del ensayo de llama según FAR 25.853.
- 45 11. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** la fibra de polímero muestra una resistencia aumentada a la extracción, medida mediante la extracción de 5 g de fibra de polímero en 150 ml de agua desionizada, poniéndose la fibra en un baño de agua caliente a 23 °C, regulable en su temperatura (Labomat), calentándose con una velocidad de calentamiento de 1,5 °C por minuto hasta 98 °C y extrayéndose a esta temperatura durante 3 horas y difiriendo el contenido de fósforo antes y después de la extracción menos del 2,5 %.
- 50 12. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada**

porque el al menos un aditivo está contenido en una cantidad tal que la fibra de polímero presenta al menos una de las siguientes propiedades:

- la fibra de polímero cumple la especificación del ensayo de llama según FAR 25.853
- la fibra de polímero posee un índice de calidad en el intervalo de 28 a 50.

5 13. Fibra de polímero retardadora de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, **caracterizada porque** el al menos un aditivo

- es otro agente ignífugo seleccionado del grupo de compuestos que contienen nitrógeno, compuestos que contienen nitrógeno y fósforo y mezclas de los mismos y/o
- está seleccionado del grupo compuesto de estabilizantes inorgánicos, estabilizantes orgánicos, colorantes y marcadores, pigmentos inorgánicos, pigmentos orgánicos, absorbedores de IR, estabilizantes térmicos, antiestáticos, agentes antiadherencia, agentes de nucleación, aceleradores de la cristalización, retardadores de la cristalización, agentes de mateado, en particular dióxido de titanio como agente de mateado, aditivos prolongadores de cadena, aditivos de conductividad, negro de humo, grafito, nanotubos de carbono, blanqueadores ópticos, aditivos fotocromicos, reticulantes, agentes de intumescencia, otros polímeros y/o mezclas de los mismos.

10 14. Tejido textil que contiene fibras de polímero retardadoras de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes.

15 15. Tejido textil de acuerdo con la reivindicación 14, **caracterizado porque** el tejido es una alfombra, una funda de asiento para un medio de transporte móvil, en particular aviones, trenes, automóviles, o una cortina, una funda de asiento o una cortina en edificios públicos o una tela de revestimiento o protectora en revestimientos de suelo textiles, acolchados de asientos o telas de funda para muebles.

20 16. Uso de las fibras de polímero retardadoras de llama de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13 para la producción de tejidos textiles para el empleo en medios de transporte móviles, en particular en aviones, trenes y automóviles, o para el empleo en visillos, cortinas y fundas de asientos en edificios públicos tales como cines, teatros y restaurantes así como para telas de revestimiento y protectoras, para revestimientos de suelo textiles, acolchados de asientos y telas de funda para muebles.

25