

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 526 795**

51 Int. Cl.:

<b>D06M 13/285</b>	(2006.01)	<b>D06M 15/667</b>	(2006.01)
<b>D06M 13/282</b>	(2006.01)	<b>D06M 15/673</b>	(2006.01)
<b>D06M 13/12</b>	(2006.01)	<b>A41D 31/00</b>	(2006.01)
<b>D06M 13/256</b>	(2006.01)	<b>C09K 21/12</b>	(2006.01)
<b>D06M 13/272</b>	(2006.01)		
<b>D06M 13/392</b>	(2006.01)		
<b>D06M 13/41</b>	(2006.01)		
<b>D06M 13/422</b>	(2006.01)		
<b>D06M 15/43</b>	(2006.01)		
<b>D06M 15/431</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2012** **E 12718640 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.11.2014** **EP 2710184**

54 Título: **Métodos para fabricar textiles a prueba de fuego**

30 Prioridad:

**17.05.2011 EP 11166319**

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

**15.01.2015**

73 Titular/es:

**CTF 2000 N.V. (100.0%)  
Baaikensstraat 11  
9240 Zele, BE**

72 Inventor/es:

**DESCHIETERE, JOHAN y  
CARLIER, LUC**

74 Agente/Representante:

**LAZCANO GAINZA, Jesús**

**ES 2 526 795 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**

Métodos para fabricar textiles a prueba de fuego

5 Campo de la invención

Esta invención trata un método para fabricar textiles a prueba de fuego así como también los tratamientos de prueba de fuego para textiles así obtenidos.

10 Introducción

Fabricar textiles a prueba de fuego es una técnica bien conocida hoy día y es usado en varios campos donde es buscado tener textiles (vestimentas (de trabajo, tejidos, lienzos y otros) que comprenden fibras naturales y/o sintéticas que son resistentes a la llama, es decir difícilmente inflamable, o aún no inflamable.

15

Sin embargo, ninguno de los tratamientos propuestos hasta la fecha es totalmente satisfactorio para el consumidor final, puesto que los textiles tratados tienen propiedades que no son adaptados al mercado. Los usuarios quieren textiles a prueba de fuego que sean resistentes a lavados, confortables para usar, que tengan una resistencia al fuego duradera, y que sean no tóxicos al cuerpo y al ambiente. Con respecto a esto ellos deben cumplir con estándares humano-ecológicos tales como Oeko-Tex 100 Clase 1.

20

Técnica anterior

25

Es conocido un tratamiento de textiles resistentes al fuego que hace uso de la inmersión en baños con composiciones que comprenden un compuesto de fósforo y urea.

30

El documento US 4 765 796, por ejemplo, relata un tratamiento a prueba de fuego de un textil coloreado, en particular algodón, incluyendo un paso de inmersión en un baño conteniendo una sal de tetrakis(hidroximetil)fosfonio (THPx) y urea, seguido por pasos de polimerización, neutralización y oxidación, y de lavado y secado. Los documentos GB 1 453 296, US 4 842 609 y US 4 750 911 cubren tratamientos similares que pueden ser aplicados a textiles hechos de poliéster, algodón/poliéster y algodón/nylon, respectivamente.

35

US 2011/0092119 relata de un tratamiento a prueba de fuego de textiles hechos de satín, donde es hecho un uso particular de dihidrazida para reducir el contenido libre de formaldehído.

40

Estos tratamientos no proveen al textil una resistencia suficiente al lavado, lo cual requiere de una velocidad de impregnación sustancial en aras de pasar los testes de resistencia al fuego realizados luego de varios múltiples lavados. Esta velocidad de impregnación substancial desafortunadamente resulta en una pérdida de la estética y confort de los textiles tratados, los cuales son muy rígidos al tacto y por tanto no permiten una libertad de movimiento sustancial, lo cual es particularmente desventajoso para vestimentas de trabajo producto del impacto en la productividad.

45

Consecuentemente, la necesidad permanece en este sentido de un método para hacer textiles a prueba de fuego que haga posible obtener productos terminados que tengan cualidades a prueba de fuego humano-ecológicas, estéticas, confortables, y durables.

Resumen de la invención

50

Un primer objetivo de la invención es buscar un tratamiento de resistencia de fuego adaptado a cualquier tipo de textiles, lo cual hace posible optimizar la cualidad de estos simultáneamente con el punto de vista de la estética, sensación y resistencia al lavado.

55

Otro objeto de la invención apunta a buscar un tratamiento a prueba de fuego para cualquier tipo de textil, que sea simple de implementar, sin o con una liberación muy pequeña de malos olores tóxicos (debido al formaldehído), durante el tratamiento mismo así como en el producto final.

Otros objetivos más deberán aparecer en la presente descripción de esta invención.

60

Ahora se ha descubierto que estos objetivos han sido archivados, enteramente o al menos en parte, gracias al método para hacer los textiles a prueba de fuego de acuerdo con esta invención.

Como tal, el objetivo específico de la invención consiste en un método para hacer los textiles resistentes al fuego que comprende al menos los pasos siguientes:

- a) preparación de un baño primero que comprende una composición con dos componentes A y B, con el componente A que comprende al menos de un compuesto de fósforo y un componente B que comprende urea y al menos un tampón de pH;
- 5 b) impregnación del textil a tratar en el baño obtenido en el paso a) donde el pH se encuentra entre 3.5 y 6;
- c) secado al calor del textil impregnado, durante el cual ocurre la reacción de polimerización de la urea del componente B y el compuesto de fósforo del componente;
- d) estabilización y neutralización mediante una reacción de oxidación del polímero obtenido en el paso c) en un segundo baño;
- 10 e) lavado en agua y secado del textil tratado; y
- f) recuperación del textil con el tratamiento a prueba de fuego.

De acuerdo con la presente invención, el segundo baño incluye, en adición al menos un compuesto oxidante, una mezcla de diacetona acrilamida y de al menos una dihidrazida de un ácido orgánico.

15 Esta mezcla reticula el compuesto de fósforo/urea en el polímero del textil. Más aun, los pasos de oxidación c) (producto del incremento en el pH después de la descomposición de la urea en amoníaco) y d) del fósforo del polímero mencionado anteriormente incrementa la insolubilidad del mismo.

20 Consecuentemente, la mezcla de reticulación contribuye a una fijación mejor del polímero en el textil, y por lo tanto, con la oxidación anteriormente mencionada, a una excelente resistencia al lavado. Al mismo tiempo, el reduce sustancialmente el contenido de formaldehído libre que puede evaporar de los textiles con el tratamiento a prueba de fuego y de esta forma irritar y envenenar al usuario del mismo.

25 Por otra parte, la resistencia excelente al lavado de los textiles a prueba de fuego de acuerdo con el método de la invención hacen posible reducir la velocidad de impregnación de estos, lo cual es beneficioso a la sensación (a la mano de uno) y por tanto para el confort del usuario, y/o para extender la naturaleza del tratamiento a prueba de fuego del mismo y por tanto la vida útil del mismo.

Descripción particular de la modalidad

30 El constituyente principal de A es elegido dentro de los compuestos de fósforo conocidos por sus propiedades a prueba de fuego, y más particularmente elegido dentro de fosfatos, fosfinas, fosfinatos y sales de fosfonio. Dentro de las sales de fosfonio, son preferidas las sales de tetrakis(hidroximetil)fosfonio, conocidas bajo el nombre genérico de THPx, y en particular THPS (sulfato de THP), THPC (cloruro de THP), THPP (fosfato de THP), y otros tales como THPS-Urea, THPC-Urea, etc. En particular es preferido THPS.

35 En la descripción de esta invención, el término "compatible" significa "no-reaccionante" y estable, bajo las condiciones de uso de la invención.

40 Los componentes A y B pueden incluir opcionalmente uno o más agentes desodorantes, los cuales, donde se apliquen, son capaces de absorber o enmascarar el olor de los compuestos de fósforo descritos anteriormente. De hecho, algunos compuestos de fósforo, en particular THPx, muy frecuentemente tienen un olor muy poco placentero, y no es poco común para ellos causar dolores de cabeza e irritaciones severas en personas que trabajan con estos productos sin protección específica.

45 Los agentes desodorantes pueden ser elegidos dentro de los agentes odorificantes usados comúnmente que pueden cubrir (absorbentes de olores o enmascarantes y parecidos) y que son compatibles con los componentes A y B. En particular el agente o los agentes desodorantes son elegidos dentro de aquellos que son estables en el componente A, inerte con respecto a los componentes A y B, y resistentes a la temperatura de trabajo, es decir durante el método de tratamiento del textil descrito en esta presente descripción.

50 Alternativamente, el uso de compuestos de fósforo puede ser considerado, y en particular THPx, más particularmente un THPS, el cual es preparado con un método selectivo, así permitiendo ser obtenidos compuestos de fósforo de alta pureza, lo cual contiene muy pocas o no impurezas y productos colaterales, los cuales son responsables de los malos olores que son usualmente asociados con los mencionados compuestos de fósforo. Un THPx producido mediante un método operando sin exceso de formaldehído es usado preferentemente.

55 Cuando tal compuesto de fósforo de alta pureza es usado, la adición de un agente desodorante no es necesaria. Sin embargo, uno o más agentes desodorantes pueden ser añadidos, junto con el compuesto de fósforo descrito anteriormente, en aras de proveer un componente A con un olor agradable si es deseado o requerido para el uso anticipado.

60 La cantidad del agente o agentes desodorantes usados pueden variar dentro de unas proporciones sustanciales de acuerdo con el efecto buscado finalmente, la naturaleza del agente desodorante o agentes y la naturaleza y cantidad del compuesto o compuestos presentes en el componente A. Generalmente, esta cantidad varía desde unos pocos ppm en

peso hasta unos pocos puntos porcentuales en peso, típicamente desde 1 ppm en peso hasta un 10% en peso, más preferentemente desde 5 ppm en peso a 5% en peso, preferentemente desde 10 ppm hasta 3% en peso, y más preferentemente desde 100 ppm en peso hasta 2% en peso en relación al total en peso del componente A.

5 El componente A puede ser preparado de acuerdo con cualquier método conocido per se, y generalmente mediante un simple entremezclado de varios compuestos del componente A, en cualquier orden.

10 Como se indicó previamente, el componente B incluye urea ( $\text{H}_2\text{N}(\text{C}=\text{O})\text{NH}_2$ ) y al menos un tampón de pH, es decir, un compuesto que permite controlar y mantener el pH del primer baño en un valor entre 3.5 y 6, ventajosamente entre 3.5 y 5.5.

15 El tampón puede ser elegido dentro de los tampones conocidos para aquellos con experiencia en la materia, con el entendimiento que este es compatible con urea e inerte con respecto a esta. En forma de ejemplos no limitantes, los tampones de pH que pueden ser usados son ventajosamente elegidos dentro de fosfatos de amonio, cloruros de amonio, sulfatos de amonio, y carbonatos de amonio, y las mezclas de estos, con preferencia por el fosfato de amonio. Estos tampones de pH también pueden ser usados en combinaciones/mezclas con uno o más ácidos elegidos entre el ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido cítrico, ácido maleico y otros en aras de ajustar precisamente el valor de pH requerido para el método de acuerdo con la invención.

20 Sin querer estar amarrado por la teoría, el tampón de pH permite fijar el pH, pero también por encima de todo actúa como "catalizador" para la descomposición de la urea en amoníaco, esta descomposición da un aumento, mediante el incremento del pH, como se indicó anteriormente, como una oxidación preliminar del polímero durante la etapa de secado c).

25 El componente B comprende opcionalmente, pero ventajosamente, al menos un agente oxidante, preferiblemente elegido de compuestos de nitrógeno, y aún más preferiblemente, de los nitroarilos, y, a modo de ejemplo no limitante, el agente oxidante es la sal sódica del ácido 3-Nitrobencenosulfónico. En el horno, este agente oxidante causa la oxidación del polímero en adición a lo que ocurre en el paso c) siguiendo la descomposición de la urea en amoníaco, así como también manteniendo esta última oxidación cuando el textil es mantenida en el estado seco antes de introducirla en la oxidación final en el segundo baño. La acción de este agente oxidante contribuye maximizando la oxidación del polímero, y por tanto la resistencia al lavado del textil con el tratamiento a prueba de fuego y la vida útil de este tratamiento.

35 La cantidad de agente oxidante puede variar sustancialmente en proporciones y es generalmente fijada a una relación en peso de oxidante/urea entre 1/2 y 1/4, y ventajosamente aproximadamente 1/3.

40 El componente B puede además incluir otros varios aditivos, rellenos, agentes desodorante, suavizantes, agentes reológicos, agentes de viscosidad, agentes de espuma, agentes anti-espuma, estabilizadores, y otros, así como uno o más agentes a prueba de fuego o retardadores de llama.

La composición teniendo dos componentes A y B, como fue definido anteriormente, puede ser en forma de dos componentes separados, los cuales serán mezclados inmediatamente antes del uso. Alternativamente, la composición bicomponente puede ser en forma de una solución lista para usar compuesta de los dos componentes A y B.

45 La composición bicomponente compuesta de los componentes A y B, como ha sido recientemente definida, en una forma mixta o separada, tiene un uso particular apropiado en el tratamiento de textiles a prueba de fuego.

50 Los textiles que pueden recibir el tratamiento a prueba de fuego con la composición bicomponente de acuerdo con esta invención pueden ser de cualquier tipo, y en particular textiles con una fibra natural base, bien si esta es vegetal o animal (algodón, lino, lana, y otros), y/o con una fibra base sintética, como por ejemplo con una poliéster, poliamida base 6 y 6.6, y otras. Textiles con una base de algodón, con una base de algodón/poliéster, y con una base de algodón/poliamida son preferidas, y entre estas aquellas de las cuales el peso por peso cuadrado está entre unos  $100\text{g}/\text{m}^2$  y unos de  $600\text{g}/\text{m}^2$ .

55 Los textiles que pueden ser sometidos al tratamiento a prueba de fuego de acuerdo con esta invención pueden estar en cualquier etapa de su manufactura, es decir estos pueden ser sometidos al tratamiento a prueba de fuego cuando estos estén en forma de textiles de cosido o de punto, antes o después de coloreado, o en forma de textiles que apenas han sido sometidos a uno o más tratamientos de acabado.

60 De acuerdo con la modalidad de la invención, el componente B usado para el tratamiento a prueba de fuego de acuerdo con esta invención será adaptado de acuerdo con la naturaleza de las fibras que componen el textil, por ejemplo de acuerdo con si este textil es hecho de algodón o de fibras de blenda poliéster/algodón.

El primer baño (etapa a) es preparado mediante un mezclado simple del componente A y componente B (mediante el

uso de la mezcla-lista-para-usar de los componentes A y B).La relación en peso de componente A/componente B puede variar en proporciones sustanciales, en particular de acuerdo con la naturaleza del compuesto de fósforo. Esta relación es ajustada en una medida tal que le permita formar un polímero entre el compuesto de fósforo del componente A y la urea del componente B

5 El primer baño puede incluir además un suavizante de textiles, el cual puede tener la función de procesamiento auxiliar. El suavizante de textiles puede ser de cualquier tipo conocido para los expertos en la materia y ventajosamente escogido entre ácidos grasos, emulsiones de silicona, microemulsiones de silicona, y polisiloxanos incluyendo Addisoft<sup>®</sup>, comercializado por CTF 2000. El último reacciona con el textil así como con el polímero también para proveer un textil  
10 recubierto con cualidades de flexibilidad y de esta forma confort para el usuario. Además, en luz de su naturaleza hidrofóbica, en la etapa de oxidación d), esta promueve la reacción con peróxido de hidrógeno y consecuentemente mejora la resistencia al lavado del textil con el tratamiento a prueba de fuego por medio de este compuesto oxidante.

15 El textil, el cual debe ser impregnado en el primer baño preparado en la etapa a), es ventajosamente, pero no necesariamente, lavado de antemano en agua en aras de hacerlo limpio y en particular libre de cualquier residuo alcalino u otros residuos químicos procedente de algún posible tratamiento previo. El pH del agua usada para este prelavado es ventajosamente entre 6 y 7, el cual puede ajustarse finamente mediante la adición de un ácido, por ejemplo, un ácido orgánico, tal como ácido cítrico.

20 El tejido "no seco" impregnado obtenido en la etapa b), el cual es generalmente en un movimiento rotatorio constante, puede ser dejado quieto por un periodo que puede variar entre alrededor de 2 horas y 24 horas, antes de realizar el paso siguiente. Este proceso protector/discontinuo es ventajoso, pero no es mandatorio. Es además posible secar y polimerizar directamente después de la impregnación como se describió aquí más abajo.

25 Después de que el textil ha sido impregnado mediante el baño preparado en el paso a), como se indicó previamente, el textil impregnado es entonces sometido a una temperatura de horno alta, típicamente, mas grande o igual a 130 °C, ventajosamente hasta una temperatura entre 150 y 160 °C. El límite superior es fijado a una temperatura de horno de alrededor 200 °C y preferentemente 165 °C. Las temperaturas medidas en el textil son preferentemente entre 145 y 154 °C. Estas modalidades promueven la polimerización, y por tanto la fijación del recubrimiento a prueba de fuego en el  
30 textil y consecuentemente la resistencia del mismo al lavado.

El secado en la etapa c), durante la cual la reacción de polimerización anteriormente mencionada ocurre, es conducida por un periodo de tiempo que es tan corto como sea posible, por razones obvias de eficiencia del proceso entero de  
35 tratamiento a prueba de fuego. Sin embargo, el secado es considerado satisfactorio cuando el contenido humedad relativa del textil seco, luego de salir del horno, sea entre un 0% y un 5% en peso, con esta relación preferentemente siendo 0% en peso. El polímero así formado, el cual es recientemente polimerizado alrededor de las fibras textiles, es entonces sometido a oxidación en el segundo baño, preferentemente mediante el incremento del pH, a un valor entre 8 y 10 y por medio de compuestos oxidantes o compuestos.

40 Se prefiere llevar a cabo esta reacción de oxidación por medio del incremento del pH, mediante la inmersión del textil conteniendo el polímero en un baño alcalino conteniendo una solución acuosa de un hidróxido metálico, tal como hidróxido de sodio. En estas condiciones, la reacción de oxidación es relativamente lenta y es acelerada por medio de una cantidad efectiva del compuesto oxidante, el cual será preferentemente peróxido de hidrógeno. La cantidad de peróxido de hidrógeno puede variar en proporciones sustanciales de acuerdo con la cantidad de polímero a ser oxidado  
45 y el valor de pH.

En este baño alcalino, es apropiado proceder con la eliminación, entera o parcial, de los subproductos de la reacción de oxidación del polímero. Por ejemplo, cuando el polímero resulta de la reacción entre un THPx y la urea, la reacción de oxidación va hacia la formación de aldehído, en particular formaldehído, el cual debe ser eliminado producto de la toxicidad del mismo, como se indicó previamente. Para hacer esto, la mezcla de reticulación de diacetona acrilamida y al menos una dihidrazida de un ácido orgánico preferentemente seleccionada de entre las dihidrazinas del ácido  
50 adípico, ácido sebácico, ácido succínico y ácido isoftálico, es también usado como un "secuestrador químico" de aldehído. Existe por tanto un efecto doble, es decir, que mejora, mediante reticulación, la resistencia al lavado del textil sometido a tratamiento a prueba de fuego y previene la propagación de sustancias nocivas en el ambiente.

55 De acuerdo a otra modalidad, la dihidrazida del ácido adípico y la diacetona acrilamida están presentes en el segundo baño en una relación de concentración en peso de 1, y preferentemente cada uno a una concentración e 0.5 % en peso del baño.

60 Finalmente, el textil así tratado se somete después a varios lavados, para eliminar los residuos del tratamiento a prueba de fuego. El lavado se realiza ventajosamente a una temperatura entre 25 °C y 75 °C, por ejemplo a alrededor de 60 °C, con agua traído hasta un pH mayor o igual que 7, en aras de eliminar cualquier producto que no ha reaccionado. En este sentido, una base es ventajosamente añadida al agua de lavado, tal como un hidróxido alcalino, por ejemplo, y preferentemente hidróxido de sodio. Un jabón también puede ser añadido al agua de lavado.

5 El lavado final se realiza en agua pura en aras de traer el pH del lavado final de regreso a un valor de pH cercano o mayor que 7. Si esto es necesario en aras de ajustar el valor de pH a un valor cercano a, o mayor que 7, un ácido puede ser añadido, por ejemplo un ácido débil, tal como ácido cítrico o ácido maleico. Igualmente, el agua de lavado puede además incluir, cuando sea aplicable, uno o varios suavizadores de textiles, tales como aquellos indicados previamente, por ejemplo.

10 Después de los lavados, el textil sometido a tratamiento a prueba de fuego es recuperado y secado de acuerdo con los métodos normales de secado. El textil puede someterse después a una o más rutinas de post-tratamientos pensados para textiles que son bien conocidos para los expertos en la materia, que se eligen sin no limitación dentro de un tratamiento antimicrobiano, tratamiento repelente de agua, tratamiento repelente de aceites, recubrimientos y otros.

15 Los textiles sometidos a tratamiento a prueba de fuego mediante el método de acuerdo con la invención puede entonces ser cortado, cosido y más generalmente ser usado para hacer y fabricar cualquier elemento teniendo una base textil, tal como una vestimenta protectora, colgantes de pared, textiles técnicos, tela de colchón, lonas de tapicería, y otros.

20 El método de esta invención, como se describió anteriormente, tiene muchas ventajas en relación a los tratamientos a prueba de fuego conocidos en la industria anterior, y entre estas, aquellas de excelente resistencia al lavado de los textiles con el tratamiento a prueba de fuego, de ese modo permitiendo ser reducida la velocidad de impregnación, lo cual es beneficioso para la sensación (a la mano de uno) y de esta manera para el confort del usuario, y/o para extender la naturaleza de resistencia al fuego del mismo y de esta manera la vida del mismo. Más aún, los textiles obtenidos por el método de acuerdo con la invención cumple con los estándares humano-ecológicos tales como Okeo-Tex 100 Clase 1.

25 Esta invención es ahora mostrada por medio de los ejemplos siguientes, los cuales no presentan alguna limitación con respecto al alcance de esta invención, lo cual es además definido mediante en el apéndice de las reivindicaciones. Estos ejemplos muestran, en particular, la acción de ciertos parámetros del método de acuerdo con la invención en la polimerización (por lo tanto la fijación) del revestimiento a prueba de fuego en las fibras, los cuales, junto la oxidación del polímero, promueve la resistencia al lavado y la vida de los textiles con el tratamiento a prueba de fuego.

30 Ejemplo 1:

35 La influencia de varias composiciones del baño de oxidación (1.0 a 1.18) en la resistencia al lavado así como también en el contenido de formaldehído libre de los textiles a prueba de fuego pueden ser vistos en la tabla 1 más abajo.

40 Si 1.8 (usa de etilen urea como un secuestrador de aldehído) es comparado con 1.18 de acuerdo con la invención (la mezcla diacetona acrilamida/dihidrazida del ácido adípico en lugar de etilen urea), es observado que, aunque estas dos composiciones son de cualquier forma muy similares, composición 1.18 da un aumento del revestimiento a prueba de fuego que tienen ambos un contenido libre de formaldehído que es claramente más bajo (165 comparado con 253 ppm) y un mayor peso por unidad de área (303 comparado con 291 g/m<sup>2</sup>) después de la oxidación y un lavado. Seleccionando una mezcla de diacetona acrilamida/dihidrazida en lugar de un secuestrador convencional de aldehído de esta forma hace posible alcanzar unos términos óptimos de compatibilidad humano-ecológica y resistencia al lavado.

# ES 2 526 795 T3

Tabla 1

5	Composición	1.0 (sin aditivo)	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7	1.8	1.9	1.10	1.11	1.12/1.14	1.13	1.15	1.16	1.17	1.18
	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	60	60	60	60	60	60	50	50	50	50	50	50	60	60	60	60	60	60
	g/l																		
10	Prestogeno	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
	g/l																		
	TEA	70	70	70	70	70	70	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
	g/l																		
15	Urea	100	100	100	100	100	100	50	-	50	50	50	50	50	50	50	50	50	50
	g/l																		
	NaOH	30	30	30	30	30	30	pH	pH	pH	pH	pH	pH	pH 10	pH10	pH10	pH10	pH10	pH10
	g/l							10	10	10	10	10	10						
20	DAP	-	20	-	10	-	10	-	10	-	-	10	-	-	-	-	-	-	-
	g/l																		
	MAP	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	10	-	-	-	-
	g/l																		
25	etilenurea	-	-	10	10	-	-	-	-	10	-	10	-	10	10	10	10	10	-
	g/l																		
30	Dihidrazida de ácido adípico	-	-	-	-	10	10	-	-	-	10	-	10	10	10	10	10	10	10
	g/l																		
35	Diacetona acrilamida	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	10
	g/l																		
40	NH <sub>4</sub> Cl	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-
	g/l																		
	Bicarbonato	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-
	g/l																		
45	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10	-
	g/l																		
50	ceniza de sosa	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	15
	g/l																		
55	Peso después de la oxidación y un lavado g/m <sup>2</sup>	305	284	288	293	300	296	292	297	291	295	290	299	304 (12) 296 (14)	309	298	294	299	303

60	Olor	ok	NH <sub>3</sub>	ok	ok	ok	ok	NH <sub>3</sub>	después de 10' NH <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub>	NH <sub>3</sub>	ok	NH <sub>3</sub> *	ok						
	Libre de formaldehído, ppm	640	320	238	302	320	338	248	296	253	242	239	262		212					165
	* Fuerte olor a amoniac																			

La Tabla 2 más abajo hace posible comparar la resistencia al lavado (50 lavados) de los textiles hechos de 50/50 algodón/poliéster con el tratamiento a prueba de fuego de acuerdo a la invención por medio de una mezcla de dihidrazida del ácido adípico/ diacetona acrilamida (ejemplos 2.1 y 2.2 de aquí en adelante) con aquel obtenido usando estas mezclas (2.3 y 2.4) Son además incluidos aquí los resultados de los test de límite a la propagación de la llama de acuerdo con los estándares EN ISO 15025.

Tabla 2

Ref. muestra	peso en g		Pérdida de peso luego de 50 lavados %	Test de inflamabilidad
	Antes del lavado	Luego del lavado		
2.1	843.5	839.1	0.5	pasó
2.2	876.3	868.5	0.9	pasó
2.3	309.0	288.5	6.6	falló
2.4	305.6	288.7	5.5	falló

El efecto favorable de la mezcla dihidrazida del ácido adípico/diacetona acrilamida en la resistencia al fuego de los textiles es claramente demostrada aquí.

Ejemplo 3:

Efecto de la temperatura del horno en la resistencia al lavado del textil (por tanto en su inflamabilidad) y en la sensación del mismo.

Los resultados de los testes realizados en 8 muestras de poliéster/algodón son compilados en la tabla 3 aquí más abajo. Los resultados óptimos desde el punto de vista de resistencia al lavado y la sensación son obtenidos para temperaturas del horno entre 150 y 160 °C.

Tabla 3

núm.	peso seco(g)	Peso después de planchado(g)	Impregnación(g)	Peso después de la fijación(g)	Temperatura del horno(°C)	Adición en(g)	Fijación/sensación	Pérdida de peso después del lavado(%)
3.1	71.13	144.07	102.5	110.30	120	35.5	Sin fijación	32.0
3.2	78.05	145.56	86.5	108.19	130	27.8	Ligera fijación	17.0
3.3	75.60	148.62	96.75	108.06	140	30.0	Fijación	5.6
3.4	71.38	144.32	102.2	104.31	150	31.5	Fijación	0.9
3.5	73.20	150.53	105.64	107.61	160	31.9	Fijación/ duro al tacto	0.8
3.6	73.22	153.06	104.80	108.30	170	32.4	Fijación/ duro al tacto	0.8
3.7	75.10	152.55	103.12	107.87	180	30.2	Fijación/ duro al tacto	0.8
3.8	77.38	151.23	95.43	111.30	190	30.5	Fijación/ duro al tacto	0.9

Ejemplo 4: Efecto de la temperatura medido en el textil y la humedad relativa (RH) del mismo, luego de salir del horno, en la resistencia al lavado de los textiles y sobre la inflamabilidad de los mismos.

Los resultados de los testes de resistencia a la llama (FR) hechos en 9 muestras de poliéster/algodón realizados de acuerdo con los estándares EN 531-532 son compilados en la tabla 4 aquí abajo, luego de 50 lavados de acuerdo con ISO 1715797. La temperatura T de las muestras es medida por medio de termotiras.

Tabla 4

Muestra no.	RH (%)	Tiempo de permanencia en el horno(s)	T (°C)	prueba FR
4.1	35	30	<116	falló
4.2	30	35	<116	falló
4.3	20	40	<116	falló
4.4	20	45	127	falló
4.5	10	50	143	falló
4.6	0-5	55	149	pasó
4.7	0	60	149	pasó
4.8	0	65	154	pasó
4.9	0	70	154	pasó

El revestimiento a prueba de fuego de las muestras 4.1 a la 4.3 desapareció completamente cuando se lavó. Las muestras 4.4 y 4.5 son parcialmente polimerizadas.

Comenzando con 4.6 la polimerización es completa, y por tanto proporciona unos resultados satisfactorios en los testes de resistencia a la llama. Los valores óptimos de temperatura y humedad relativa del textil son de 149 a 154 °C y 0%, respectivamente.

## REIVINDICACIONES

1. El método de tratamiento a prueba de fuego para textiles que comprenden las etapas siguientes:
- 5 a) preparación de un primer baño que comprende una composición que tiene dos componentes A y B, con el componente A que comprende al menos un compuesto de fósforo y el componente B que comprende urea y al menos un tampón de pH;
- 10 b) impregnación del textil a ser tratado en el baño obtenido en el paso a) del cual el pH está entre 3.5 y 6;
- c) el calor de secado del textil impregnado, durante el cual ocurre el secado y la reacción de polimerización de la urea del componente B y del compuesto de fósforo del componente A;
- d) estabilización y neutralización a través de una reacción de oxidación del polímero obtenido en el paso c) en un segundo baño;
- e) lavado en agua y secado de los textiles tratados; y
- 15 f) recuperación del textil sometido a tratamiento a prueba de fuego,
- caracterizado porque** el segundo baño contiene, en adición al último un compuesto oxidante, una mezcla de diacetona acrilamida y al menos un compuesto oxidante, una mezcla de diacetona acrilamida y al menos una dihidrazida de ácido orgánico.
- 20 2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el componente A comprende uno o más compuestos de fósforo entre ellos una sal de tetrakis (hidroximetil)fosfonio.
3. Método de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado porque** la sal de tetrakis (hidroximetil)fosfonio se produce sin exceso de formaldehído.
- 25 4. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la dihidrazida del ácido orgánico o dihidrazidas son seleccionadas de dihidrazidas de ácido adípico, ácido sebácico, ácido succínico y ácido isoftálico.
- 30 5. Método de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado porque** la dihidrazida del ácido adípico y la diacetona acrilamida están presentes en el segundo baño en una relación de concentración en peso de 1.
6. Método de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** la dihidrazida del ácido adípico y la diacetona acrilamida están cada una presentes en el segundo baño a una concentración de 0.5 % por peso del baño.
- 35 7. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el componente B incluye adicionalmente uno o más agentes oxidantes.
8. Método de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado porque** el agente oxidante es sulfonato de 3-nitrobenceno.
- 40 9. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, **caracterizado porque** el primer baño es preparado mediante la adición de un agente suavizante al mismo.
10. Método de acuerdo con la reivindicación 9, **caracterizado porque** el agente suavizante incluye un polisiloxano.
- 45 11. Método de acuerdo con la reivindicación 10, **caracterizado porque** el polisiloxano es hidrofílico.
12. Método, como se reivindica en cualquier reivindicación precedente, **caracterizado porque** el paso de secado c) es realizado a una temperatura de horno entre 130 °C y 165 °C.
- 50 13. Método de acuerdo con la reivindicación 12, **caracterizado porque** el paso de secado c) es realizado a una temperatura de horno entre 150 °C y 160 °C.
14. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el paso de oxidación d) es realizado mediante el incremento de pH a valores entre 8 y 10, y por medio de un compuesto o compuestos oxidantes.
- 55 15. Método de acuerdo con la reivindicación 14, en donde el peróxido de hidrógeno se usa en la etapa d) como un compuesto oxidante.