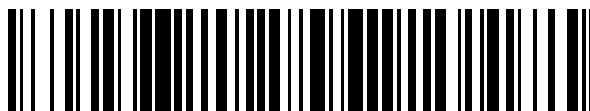


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 848**

51 Int. Cl.:

**C01B 25/163** (2006.01)

**C08K 3/00** (2006.01)

**C08K 3/32** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.11.2012** **PCT/EP2012/004907**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.06.2013** **WO13083249**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.11.2012** **E 12803506 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.02.2017** **EP 2788287**

54 Título: **Fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio, un procedimiento para su preparación así como su utilización**

30 Prioridad:

**05.12.2011 DE 102011120218**

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

**05.07.2017**

73 Titular/es:

**CLARIANT INTERNATIONAL LTD (100.0%)**  
**Rothausstrasse 61**  
**4132 Muttenz, CH**

72 Inventor/es:

**HÖROLD, SEBASTIAN;**  
**BAUER, HARALD y**  
**SICKEN, MARTIN**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 621 848 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

Fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio, un procedimiento para su preparación así como su utilización

El presente se refiere a unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio, a un procedimiento para su preparación y a su utilización.

- 5 De acuerdo con el estado de la técnica se conocen unos fosfitos de aluminio puros. Éstos son unos compuestos microporosos similares a las zeolitas, en los cuales los iones de aluminio y los iones de fosfito forman un retículo tridimensional de anillos de múltiples miembros. Ellos pueden contener agua de cristalización o, mediando pérdida de la estructura cristalina, desprenden agua de cristalización y forman unos anhidratos. De acuerdo con el estado de la técnica, la cristalización se efectúa hidrotérmicamente, es decir por encima del punto de ebullición del agua bajo su presión propia. Con el fin de facilitar la cristalización (Yang, Shiyou Xuebao, Shiyou Jiagong (2006), 22(Suplemento), 79-81) se añaden unos compuestos polinitrogenados como agentes directores de la estructura - también denominados plantillas -. Éstos permanecen desventajosamente en el producto y perturban en el caso de la utilización posterior del mismo.

- 15 El presente invento se refiere, al contrario que en el estado de la técnica, a unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio. Éstos contienen iones de metales alcalinos en considerables proporciones molares fijados en la sustancia.

El presente invento se basa por lo tanto en la misión de poner a disposición unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio exentos de plantillas. Por lo demás, subsistía la misión de poner a disposición un procedimiento de cristalización que se contente sin el empleo de plantillas.

- 20 Además de ello, se encontró de modo sorprendente que los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento así como las mezclas de los mismos con unas sales de metales alcalinos como sustancias sinérgicas, son utilizables para dar agentes ignífugantes. Las sustancias sinérgicas propiamente dichas para agentes ignífugantes no deben ser activas ignífugando, pero pueden aumentar esencialmente la actividad de agentes ignífugantes. Estas sustancias sinérgicas para agentes ignífugantes se emplean en común con unos agentes ignífugantes en unas mezclas de agentes ignífugantes. Usualmente, las mezclas de agentes ignífugantes con otros aditivos para polímeros se mezclan por amasadura y extrusión con el polímero que se ha de ignifugar. La resultante mezcla de polímeros está entonces ignifugada y más tarde se elabora ulteriormente de manera típica en masas de moldeo poliméricas o cuerpos moldeados poliméricos, etc. Esta elaboración se realiza a unas temperaturas, en las que el polímero se presenta en estado fundido y que pueden sobrepasar manifestamente los 320 °C durante un breve período de tiempo. Las sustancias sinérgicas deben soportar estas temperaturas sin descomponerse. Sorprendentemente, se encontró por fin que los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento son manifestamente más estables térmicamente que unos fosfitos de aluminio puros, es decir que ellos se descomponen tan sólo a unas temperaturas más altas y reprimen la dañina formación de fosfinas.

- 35 En el caso de las conocidas mezclas de fosfitos de aluminio con hidróxido de aluminio se disminuye el contenido activo de fosfito de aluminio a causa de la simultánea presencia del hidróxido de aluminio. El problema conforme al invento, de obtener un contenido activo de fosfito de aluminio lo más alto que sea posible, se resuelve también mediante los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento.

- 40 Por lo demás, de acuerdo con el estado de la técnica se conocen unos hidratos de fosfitos de aluminio. Es desventajoso el desprendimiento de agua que se establece al calentar, que es molesto en el caso de la elaboración de la sustancia sinérgica para dar el polímero ignifugado. El problema planteado por la misión conforme al invento es resuelto mediante los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento, al estar éstos ampliamente exentos de agua de cristalización.

El invento se refiere por lo tanto a unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de la Fórmula (I)

- 45 
$$\text{Al}_{2,00}\text{M}_z(\text{HPO}_3)_y(\text{OH})_v \times (\text{H}_2\text{O})_w \quad (\text{I})$$

en la que

- M significa iones de metales alcalinos  
 Z significa desde 0,01 hasta 1,5,  
 50 y significa desde 2,63 hasta 3,5,  
 v significa desde 0 hasta 2,  
 w significa desde 0 hasta 4.

Se prefieren unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio, en los que

- 5 M significa Na o K,  
z significa desde 0,10 hasta 1,2,  
y significa desde 2,75 hasta 3,1,  
v significa desde 0,05 hasta 0,5,  
w significa desde 0 hasta 1.

Se prefieren especialmente unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio, en los que

- 10 M M significa Na,  
z significa desde 0,15 hasta 0,4,  
y significa desde 2,80 hasta 3,  
v significa 0,1 hasta 0,4,  
w significa desde 0,01 hasta 0,1.

Preferentemente, los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento tienen

- 15 un tamaño de partículas de 0,1 hasta 1.000  $\mu\text{m}$ ,  
una solubilidad en agua de 0,01 g/l hasta 10 g/l,  
una densidad a granel de 80 hasta 800 g/l,  
una humedad residual de 0,1 hasta 5 %,   
y una estabilidad térmica con respecto a la formación de  $\text{PH}_3$  de 325 hasta 450 °C.

El invento se refiere también a un procedimiento para la preparación de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias o de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado por que una fuente de aluminio y una fuente de fosfito se llevan a cristalización en un disolvente, disponiendo previamente un disolvente exento de nitrógeno y añadiendo simultáneamente la solución acuosa de la fuente de aluminio y una solución acuosa de un fosfito de metal alcalino y añadiendo dosificadamente la solución acuosa de un fosfito de metal alcalino con una velocidad de 10 hasta 100 % de la cantidad empleada de fosfito por hora y la solución acuosa de la fuente de aluminio con una velocidad de 10 hasta 100 % de la cantidad empleada de aluminio por hora.

- 20  
25  
30 Preferiblemente, en el caso de la fuente de aluminio se trata de unas sales de aluminio, cloruros, bromuros, hidróxidos, hidratos de peróxidos, sulfitos, sulfatos, hidratos de sulfatos, hidrógenosulfatos, peroxosulfatos, peroxodisulfatos, nitratos, carbonatos, percarbonatos, estannatos, boratos, perboratos, hidratos de perboratos, formiatos, acetatos, propionatos, lactatos y/o ascorbatos de aluminio y en el caso de la fuente de fosfito se trata de fosfitos de metales alcalinos, fosfitos de metales alcalino-térreos, ácido fosforoso, trióxido de fósforo, tricloruro de fósforo y/o hipofosfitos.

Preferiblemente, el procedimiento para la preparación de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio se realiza a unas temperaturas de 0 a 300 °C, durante unos períodos de tiempo de reacción de  $10^{-7}$  hasta  $10^2$  h y a unas presiones de 1 hasta 200 MPa y la solución de cristalización tiene un valor del pH de 0 hasta 7 y una concentración de 1 hasta 50 % en peso de material sólido en la suspensión.

- 35  
40 El invento se refiere también a la utilización de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 como un producto intermedio para otras síntesis, como agentes aglutinantes, como agentes reticulantes o respectivamente como agentes aceleradores al endurecer resinas epoxídicas, poliuretanos y resinas de poliésteres insaturados, como agentes estabilizadores de polímeros, como agentes fitoprotectores, como agentes secuestrantes, como aditivos para aceites minerales, como agentes protectores contra la corrosión, en aplicaciones de agentes de lavado y limpieza y en aplicaciones electrónicas.

Se prefiere la utilización de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 como sustancia sinérgica; como sustancia sinérgica en mezclas de agentes ignifugantes y en agentes ignifugantes, particularmente en agentes ignifugantes para barnices transparentes y revestimientos intumescentes, en agentes ignifugantes para madera y para otros productos que contienen celulosa, en agentes ignifugantes reactivos y/o no reactivos para polímeros, para la producción de masas de moldeo poliméricas ignifugadas, para la producción de cuerpos moldeados poliméricos ignifugados y/o para el apresto retardador de la llama de tejidos puros y mixtos de poliésteres y celulosa por impregnación.

- 45  
50 El invento se refiere además a masas de moldeo poliméricas, cuerpos moldeados, películas, hilos y/o fibras poliméricas/as ignifugadas/os termoplásticos/as o termoestables, que contienen de 0,1 hasta 45 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, de 55 hasta 99,9 % en peso de un polímero termoplástico o termoestable o de unas mezclas de los mismos, de 0 hasta 55 % en peso de unos aditivos y de 0 hasta 55 % en peso de un material de carga o respectivamente de unos materiales de refuerzo, siendo de 100 % en peso la suma de los componentes.

- Particularmente, el invento se refiere a masas de moldeo poliméricas, cuerpos moldeados, películas, hilos y/o fibras poliméricos/as ignifugadas/os termoplásticos/as o termoestables, que contienen de 0,1 hasta 45 % en peso de una mezcla de agentes ignifugantes a base de 0,1 hasta 50 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 y de 50 hasta 99,9 % en peso de unos agentes ignifugantes, de 55 hasta 99,9 % en peso de un polímero termoplástico o termoestable o de unas mezclas de los mismos, de 55 hasta 99,9 % en peso de un polímero termoplástico o termoestable, de 0 hasta 55 % en peso de unos aditivos y de 0 hasta 55 % en peso de un material de carga o respectivamente de unos materiales de refuerzo, siendo de 100 % en peso la suma de los componentes.
- Preferiblemente, en este caso el fosfito mixto de metal alcalino y aluminio contiene hasta 20 % en peso de unas sales de metales alcalinos.
- Preferiblemente, en el caso del agente ignifugante en las masas de moldeo poliméricas, los cuerpos moldeados poliméricos, las películas, los hilos y/o las fibras poliméricos/as termoplásticos/as o termoestables ignifugadas/os se trata de ácidos dialquilfosfínicos y/o de sus sales; de productos de condensación de la melamina y/o de productos de reacción de la melamina con un ácido fosfórico y/o de productos de reacción de productos de condensación de la melamina con un ácido polifosfórico o de unas mezclas de los mismos, de fosfatos nitrogenados de las fórmulas  $(\text{NH}_4)_y \text{H}_{3-y} \text{PO}_4$  o respectivamente  $(\text{NH}_4\text{PO}_3)_z$ , con y igual a 1 hasta 3 y z igual a 1 hasta 10.000; de benzoguanamina, isocianurato de tris(hidroxietilo), alantoína, glicourilo, melamina, cianurato de melamina, diciandiamida y/o guanidina; de óxido de magnesio, óxido de calcio, óxido de aluminio, óxido de zinc, óxido de manganeso, óxido de estaño, hidróxido de aluminio, boehmita, dihidrotalcita, hidrocalumita, hidróxido de magnesio, hidróxido de calcio, hidróxido de zinc, hidrato de óxido de estaño, hidróxido de manganeso, borato de zinc, silicato de zinc de carácter básico y/o estannato de zinc.
- De manera especialmente preferida, en el caso del agente ignifugante se trata de melam, melem, melon, pirofosfato de dimelamina, un polifosfato de dimelamina, un polifosfato de melam, un polifosfato de melon y/o un polifosfato de melem y/o de polisales mixtas de los mismos y/o de hidrógenofosfato de amonio, dihidrógenofosfato de amonio y/o de un polifosfato de amonio.
- Unos preferidos agentes ignifugantes son también hipofosfito de aluminio, hipofosfito de zinc, hipofosfito de calcio, fosfito de sodio, ácido monofenilfosfínico y sus sales, unas mezclas de ácidos dialquilfosfínicos y sus sales con ácidos monoalquilfosfínicos y sus sales, un ácido 2-carboxietil-alquilfosfínico y sus sales, ácido 2-carboxietil-metilfosfínico y sus sales, un ácido 2-carboxietil-arilfosfínico y sus sales, ácido 2-carboxietilfenil-fosfínico y sus sales, oxa-10-fosfafenantrenos (DOPO) y sus sales y aductos con para-benzoquinona o respectivamente ácido itacónico y sus sales.
- Los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento tienen preferentemente un tamaño de partículas de 1 a 500  $\mu\text{m}$  y una densidad a granel de 200 hasta 700 g/l.
- Los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento tienen preferentemente unos valores cromáticos de L de 85 hasta 99,9, de manera especialmente preferida de 90 hasta 98.
- Los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento tienen preferentemente unos valores cromáticos de a de -4 hasta +9, de manera especialmente preferida de -2 hasta +6.
- Los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio conformes al invento tienen preferentemente unos valores cromáticos de b de -2 hasta +6, de manera especialmente preferida de -1 hasta +3,.
- Los valores cromáticos se indican en el sistema de acuerdo con Hunter (sistema CIE-LAB, de la Commission Internationale d'Eclairage = Comisión Internacional de Iluminación). Los valores de L van desde 0 (negro) hasta 100 (blanco), los valores de a van desde -a (verde) hasta +a (rojo) y los valores de b van desde -b (azul) hasta +b (amarillo).
- Fundamentalmente, el fosfito mixto de metal alcalino y aluminio conforme al invento puede contener adicionalmente hasta 20 % en peso de unas sales de metales alcalinos.
- Unas preferidas sales de metales alcalinos son sales con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del séptimo grupo principal, con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del sexto grupo principal, con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del quinto grupo principal, con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del cuarto grupo principal, con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del tercer grupo principal y/o aniones de ácidos carboxílicos.
- Unas preferidas fuentes de aluminio son sales de aluminio tales como sales con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del séptimo grupo principal, con aniones o respectivamente oxoaniones de los

elementos del sexto grupo principal, con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del quinto grupo principal, con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del cuarto grupo principal, con aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del tercer grupo principal y/o aniones de ácidos carboxílicos.

- 5 Unos preferidos aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del séptimo grupo principal son cloruros, cloruros complejos y bromuros.

Unos preferidos aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del sexto grupo principal son hidróxidos, peróxidos, hidratos de peróxidos, sulfitos, sulfatos, hidratos de sulfatos, sulfatos de carácter ácido, hidrógenosulfatos, peroxosulfatos y peroxodisulfatos.

Unos preferidos aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del quinto grupo principal son nitratos.

- 10 Unos preferidos aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del cuarto grupo principal son carbonatos, percarbonatos y estannatos.

Unos preferidos aniones o respectivamente oxoaniones de los elementos del tercer grupo principal son boratos, perboratos e hidratos de perboratos.

Unos preferidos aniones de ácidos carboxílicos son formiatos, acetatos, propionatos, lactatos y ascorbatos.

- 15 Unas preferidas fuentes de fosfitos son fosfitos de metales alcalinos, fosfitos de metales alcalino-térreos, ácido fosforoso o compuestos precursores de los mismos.

Unos preferidos fosfitos de metales alcalinos son fosfitos de (di)sodio, hidrógenofosfitos de sodio y fosfitos de potasio.

Unos preferidos fosfitos de metales alcalino-térreos son fosfitos de calcio.

- 20 Unos compuestos precursores son unas sustancias que, en las condiciones del procedimiento, pueden formar iones de fosfito, p.ej. trióxido de fósforo ( $P_2O_6$ ), que puede formar ácido fosforoso mediando hidrólisis, tricloruro de fósforo y un hipofosfito de sodio, que puede ser transformado en el fosfito por oxidación.

- 25 Unas preferidas condiciones de reacción son unas temperaturas de 0 a 300 °C, de manera especialmente preferida de 50 hasta 170 °C y unos periodos de tiempo de reacción de  $10^{-7}$  hasta  $10^2$  h. La presión puede fluctuar entre 1 Pa hasta 200 MPa (= 0,00001 hasta 2.000 bares), preferiblemente entre 10 Pa hasta 10 MPa. Se prefiere una incorporación de energía de 0,083 hasta 10 kW/m<sup>3</sup>, de manera especialmente preferida de 0,33 hasta 1,65 kW/m<sup>3</sup>.

Unos preferidos disolventes son agua, agua con un pH de 0 hasta 7, particularmente con un pH de 1 hasta 5, ácido acético y disolventes orgánicos próticos.

- 30 Una preferida realización de la reacción consiste en disponer previamente la fuente de aluminio en un disolvente y añadir dosificadamente la fuente de fosfito. Alternativamente, una preferida realización de la reacción consiste en disponer previamente el disolvente y añadir dosificadamente al mismo tiempo la fuente de aluminio y la fuente de fosfito.

- 35 La realización de la reacción determina las concentraciones de los participantes en la reacción al efectuar la cristalización. De esta manera se determinan por ejemplo los tamaños de partículas y la estabilidad térmica de los productos.

Se prefiere la utilización de los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio y/o sus mezclas con sales de metales alcalinos como sustancia sinérgica de agentes ignifugantes.

- 40 Se prefieren en este caso de unas mezclas de agentes ignifugantes que contienen de 5 hasta 40 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 y de 60 hasta 95 % en peso de un agente ignifugante.

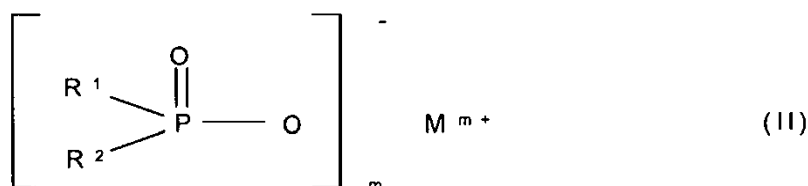
Se prefieren en este caso también unas mezclas de agentes ignifugantes que contienen de 10 hasta 30 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 y de 70 hasta 90 % en peso de un agente ignifugante.

Para la utilización antes mencionada se emplean particularmente unas mezclas de agentes ignifugantes que contienen de 0,1 hasta 50 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 y de 50 hasta 99,9 % en peso de ácidos dialquilfosfínicos y/o sus sales.

- 5 Preferiblemente, las mezclas de agentes ignifugantes para la utilización antes mencionada contienen de 5 hasta 40 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 y de 60 hasta 95 % en peso de ácidos dialquilfosfínicos y/o sus sales.

Se prefiere una utilización en la que la mezcla de agentes ignifugantes contiene de 5 hasta 99,8 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de la Fórmula (I), de 0,1 hasta 94,8 % en peso de ácidos dialquilfosfínicos o sus sales y de 0,1 a 30 % en peso de uno o varios aditivos para polímeros.

- 10 Unos ácidos dialquilfosfínicos preferidos o sus sales son unas sales de ácidos dialquilfosfínicos de la Fórmula (II)



en la que

$\text{R}^1, \text{R}^2$  son iguales o diferentes y significan alquilo de  $\text{C}_1\text{-C}_6$ , lineal o ramificado;

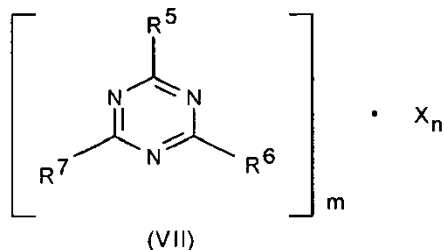
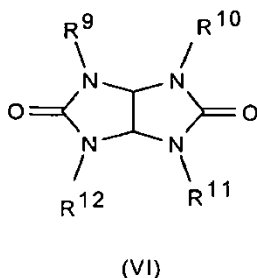
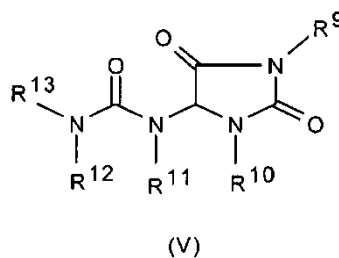
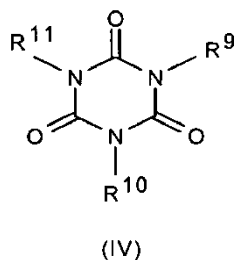
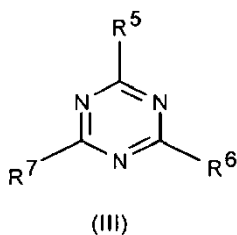
- 15 M significa Mg, Ca, Al, Sb, Sn, Ge, Ti, Fe, Zr, Zn, Ce, Bi, Sr, Mn, Li, Na, K, una base nitrogenada protonada o hidrógeno;

m significa de 1 hasta 4.

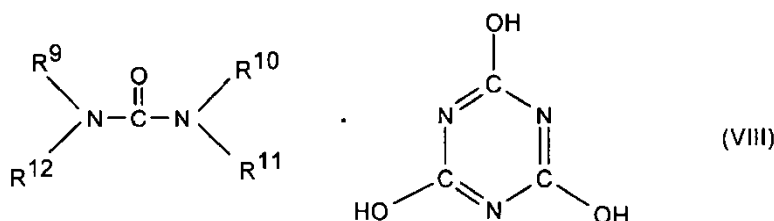
Unas preferidas sales de ácidos dialquilfosfínicos son trisdietilfosfinato de aluminio, trismetiletilfosfinato de aluminio, bisdietilfosfinato de titanilo, tetrakisdietilfosfinato de titanilo, bismetiletilfosfinato de titanilo, tetrakismetiletilfosfinato de titanilo, bisdietilfosfinato de zinc, bismetiletilfosfinato de zinc y mezclas de los mismos.

- 20

Son apropiados como otros agentes ignifugantes también determinados compuestos nitrogenados (documentos DE-A-196 14 424, DE-A-197 34 437 y DE-A-197 37 727). Preferiblemente, en el presente contexto se trata de los de las fórmulas (III) hasta (VIII) o de unas mezclas de los mismos



- 25



- 5 en las que  
R<sup>5</sup> hasta R<sup>7</sup> significan hidrógeno, un alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, un cicloalquilo o alquilocicloalquilo de C<sub>5</sub>-C<sub>16</sub>, posiblemente sustituido con una función hidroxilo o hidroxialquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un alquenilo de C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>, un alcoxi, acilo o aciloxi de C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, un arilo o arilalquilo de C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>, -OR<sup>8</sup> y -N(R<sup>8</sup>)R<sup>9</sup> así como un radical N-alicíclico o N-aromático,
- 10 R<sup>8</sup> significa hidrógeno, un alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, un cicloalquilo o alquilocicloalquilo de C<sub>5</sub>-C<sub>16</sub>, posiblemente sustituido con una función hidroxilo o hidroxialquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, un alquenilo de C<sub>2</sub>-C<sub>8</sub>, un alcoxi, acilo o aciloxi de C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, o un arilo o arilalquilo de C<sub>6</sub>-C<sub>12</sub>,
- R<sup>9</sup> hasta R<sup>13</sup> significa los mismos grupos que R<sup>8</sup> así como -O-R<sup>8</sup>,
- m y n independientemente unos de otros, significan 1, 2, 3 o 4,
- X significa unos ácidos, que pueden formar aductos con compuestos de triazina (III), o se trata de ésteres oligoméricos del isocianurato de tris(hidroxietilo) con ácidos policarboxílicos aromáticos.
- 15 Son especialmente apropiados en este contexto benzoguanamina, isocianurato de tris(hidroxietilo), alantofina, glicourilo, melamina, cianurato de melamina, diciandiamida y/o guanidina.

Unos apropiados aditivos a polímeros para masas de moldeo poliméricas y cuerpos moldeados poliméricos ignifugados/os son agentes absorbentes de rayos UV, agentes fotoprotectores, agentes de deslizamiento, agentes colorantes, agentes antiestáticos, agentes de nucleación, materiales de carga, sustancias sinérgicas, agentes de refuerzo y otros.

20

Se prefiere el uso de los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados conformes al invento como piezas y partes de lámparas tales como portalámparas y soportes de lámparas, enchufes y regletas de enchufes, cuerpos de bobinas, alojamientos para condensadores o contactores así como interruptores de seguridad, alojamientos de relevadores y reflectores.

- 25 Preferiblemente, el revestimiento ignifugante intumescente contiene de 1 hasta 50 % en peso de los fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de la Fórmula (I) conformes al invento con sales de metales alcalinos, así como de 50 hasta 99 % en peso de un polifosfato de amonio, agentes aglutinantes, agentes formadores de espuma, sales de ácidos dialquilfosfínicos, materiales de carga y aditivos para polímeros.

- 30 Preferiblemente, los polímeros proceden del conjunto de los polímeros termoplásticos tales como unos poliésteres, un poliestireno o una poliamida y/o de los polímeros termoestables.

- Preferentemente, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros de mono- y diolefinas, por ejemplo un polipropileno, un poliisobutileno, un poli(buteno-1), un poli-(4-metil-penteno-1), un poliisopreno o un polibutadieno así como unos materiales polimerizados de cicloolefinas tales como p.ej. los de ciclopenteno o norborneno; además un polietileno (que eventualmente puede estar reticulado), p.ej. un polietileno de alta densidad (HDPE), un polietileno de alta densidad y alta masa molecular (HDPE-HMW), un polietileno de alta densidad y ultraalta masa molecular (HDPE-UHMW), un polietileno de mediana densidad (MDPE), un polietileno de baja densidad (LDPE), un polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), un polietileno ramificado de baja densidad (VLDPE), así como de unas mezclas de los mismos.
- 35

- Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos copolímeros de mono- y diolefinas entre ellas o con otros monómeros vinílicos, tales como p.ej. unos copolímeros de etileno y propileno, un polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) y unas mezclas de los mismos con un polietileno de baja densidad (LDPE), unos copolímeros de propileno y buteno-1, unos copolímeros de propileno e isobutileno, unos copolímeros de etileno y buteno-1, unos copolímeros de etileno y hexeno, unos copolímeros de etileno y metilpenteno, unos copolímeros de etileno y hepteno, unos copolímeros de etileno y octeno, unos copolímeros de propileno y butadieno, unos copolímeros de isobutileno e isopreno, unos copolímeros de etileno y acrilatos de alquilo, unos copolímeros de etileno y metacrilatos de alquilo, unos copolímeros de etileno y acetato de vinilo y sus copolímeros con monóxido de carbono, o unos copolímeros de etileno y ácido acrílico y sus sales (ionómeros), así como unos terpolímeros de etileno con propileno y un dieno, tal como hexadieno, dicitropentadieno o etiliden-norborneno; además unas mezclas de tales copolímeros entre ellos, p.ej. unos copolímeros de polipropileno/etileno y propileno, unos copolímeros de LDPE/etileno y acetato de vinilo, unos copolímeros de LDPE/etileno y ácido acrílico, unos copolímeros de LLDPE/etileno y acetato de vinilo,
- 40
- 45
- 50

unos copolímeros de LLDPE/etileno y ácido acrílico y unos copolímeros de polialquileno y monóxido de carbono constituidos de manera alternante o estadística y sus mezclas con otros polímeros tales como poliamidas.

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unas resinas de hidrocarburos (p.ej. de C<sub>5</sub> hasta C<sub>9</sub>) inclusive unas modificaciones hidrogenadas de los mismos (p.ej. resinas conferidoras de pegajosidad) y unas mezclas de polialquilenos y almidón.

Preferiblemente en el caso de los polímeros se trata de un poliestireno (Polystyrol 143E (de la entidad BASF)), de un poli-(p-metilestireno) o de un poli-(alfa-metilestireno).

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos copolímeros de estireno o alfa-metilestireno con unos dienos o unos derivados acrílicos tales como los de estireno y butadieno, de estireno y acrilonitrilo, de estireno y metacrilatos de alquilo, de estireno, butadieno y acrilatos y metacrilatos de alquilo, de estireno y anhídrido de ácido maleico, de estireno, acrilonitrilo y metacrilato de metilo; mezclas con una alta tenacidad a los golpes constituidas a base de copolímeros de estireno y de otro polímero, tal como p.ej. un poliacrilato, un polímero de un dieno o un terpolímero de etileno, propileno y un dieno, así como unos copolímeros de bloques del estireno, tales como p.ej. los de estireno-butadieno-estireno, estireno-isopreno-estireno, estireno-etileno/butileno-estireno o estireno-etileno/propileno-estireno.

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos copolímeros de injerto de estireno o alfa-metilestireno tales como p.ej. unos de estireno sobre polibutadieno, de estireno sobre unos copolímeros de butadieno y estireno o de polibutadieno y acrilonitrilo, de estireno y acrilonitrilo (o respectivamente metacrilonitrilo) sobre un polibutadieno; de estireno, acrilonitrilo y metacrilato de metilo sobre un polibutadieno; de estireno y anhídrido de ácido maleico sobre un polibutadieno; de estireno, acrilonitrilo y anhídrido de ácido maleico o imida de ácido maleico sobre un polibutadieno; de estireno e imida de ácido maleico sobre un polibutadieno, de estireno y acrilatos de alquilo o respectivamente metacrilatos de alquilo sobre un polibutadieno, de estireno y acrilonitrilo sobre unos terpolímeros de etileno, propileno y dieno, de estireno y acrilonitrilo sobre unos poli(acrilatos de alquilo) o poli(metacrilatos de alquilo), de estireno y acrilonitrilo sobre unos copolímeros de acrilato y butadieno, así como sus mezclas, tal como son conocidas p.ej. como los denominados polímeros de ABS, MBS, ASA o AES.

Preferiblemente, en el caso de los polímeros de estireno se trata de una espuma con poros más bien gruesos tales como un EPS (poliestireno expandido), p.ej. Styropor<sup>®</sup> (de la entidad BASF), y/o con poros finos tales como una XPS (espuma dura de poliestireno extrudida), p.ej. Styrodur<sup>®</sup> (de la entidad BASF). Son preferidas unas espumas de poliestireno tales como p.ej. Austrotherm<sup>®</sup> XPS, Styrofoam<sup>®</sup> (de la entidad Dow Chemical), Floormate<sup>®</sup>, Jackodur<sup>®</sup>, Lustron<sup>®</sup>, Roofmate<sup>®</sup>, SageX<sup>®</sup> y Telgopor<sup>®</sup>.

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

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros, que se derivan de ácidos alfa, beta-insaturados y sus derivados, tales como unos poli(acrilatos) y poli(metacrilatos), unos poli(metacrilatos de metilo) modificados con acrilato de butilo para ser tenaces frente a los golpes, unas poli(acrilamidas) y unos poli(acrilonitrilos) y unos copolímeros de los monómeros mencionados entre ellos o con otros monómeros insaturados, tales como p.ej. unos copolímeros de acrilonitrilo y butadieno, copolímeros de acrilonitrilo y acrilatos de alquilo, copolímeros de acrilonitrilo y acrilatos de alcoxilalquilo, copolímeros de acrilonitrilo y halogenuros de vinilo o terpolímeros de acrilonitrilo, metacrilatos de alquilo y butadieno.

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata también de unos polímeros, que se derivan de alcoholes y aminas insaturados/as y respectivamente sus derivados acíclicos o acetales, tales como un poli(alcohol vinílico), un poli(acetato, estearato, benzoato o maleato de vinilo), un poli(vinilbutiral), un poli(ftalato de alilo), una poli(alilmelamina), así como sus copolímeros con olefinas.

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos homo- y copolímeros de éteres cíclicos, tales como unos poli(alquilenglicoles), un poli(óxido de etileno), un poli(óxido de propileno) o sus copolímeros con bis-éteres glicidílicos.

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

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

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos poliuretanos, que se derivan de poliéteres, poliésteres y polibutadienos con grupos hidroxilo situados en los extremos, por un lado, y de poliisocianatos alifáticos o aromáticos, por otro lado, así como sus productos precursores.

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unas poliamidas y copoliamidas, que se derivan de diaminas y ácidos dicarboxílicos y/o de ácidos aminocarboxílicos o de las correspondientes lactamas, tales como una poliamida 2/12, una poliamida 4 (un poli-(ácido 4-aminobutírico), Nylon<sup>®</sup> 4, de la entidad DuPont), una poliamida 4/6 (poli(tetrametilen-amida de ácido adípico), (poli(tetrametilen-diamida de ácido adípico), Nylon<sup>®</sup> 4/6, de la entidad DuPont), una poliamida 6 (poli(caprolactama), poli-(ácido 6-amino-hexanoico), Nylon<sup>®</sup> 6, de la entidad DuPont, Akulon K122, de la entidad DSM; Zytel<sup>®</sup> 7301, de la entidad DuPont; Durethan<sup>®</sup> B 29, de la entidad Bayer), una poliamida 6/6 ((poli(N,N'-hexametilen-amida de ácido adípico), Nylon<sup>®</sup> 6/6, de la entidad DuPont, Zytel<sup>®</sup> 101, de la entidad DuPont; Durethan A30, Durethan<sup>®</sup> AKV, Durethan<sup>®</sup> AM, de la entidad Bayer; Ultramid<sup>®</sup> A3, de la entidad BASF), una poliamida 6/9 (poli(hexametilen nonanamida), Nylon<sup>®</sup> 6/9, de la entidad DuPont), una poliamida 6/10 (poli(hexametilen sebacamida), Nylon<sup>®</sup> 6/10, de la entidad DuPont), una poliamida 6/12 (poli(hexametilen dodecanodiamida), Nylon<sup>®</sup> 6/12, de la entidad DuPont), una poliamida 6/66 (poli(hexametilenamida de ácido adípico-co-caprolactama), Nylon<sup>®</sup> 6/66, de la entidad DuPont), una poliamida 7 (poli-(ácido 7-amino-heptanoico), Nylon<sup>®</sup> 7, de la entidad DuPont), una poliamida 7,7 (poli(heptametilen-pimelamida), Nylon<sup>®</sup> 7,7, de la entidad DuPont), una poliamida 8 (poli(ácido 8-amino-octanoico), Nylon<sup>®</sup> 8, de la entidad DuPont), una poliamida 8,8 (poli(octametilen-suberamida), Nylon<sup>®</sup> 8,8, de la entidad DuPont), una poliamida 9 (poli(ácido 9-amino-nonanoico), Nylon<sup>®</sup> 9, de la entidad DuPont), una poliamida 9,9 (poli(nonametilen-azelamida), Nylon<sup>®</sup> 9,9, de la entidad DuPont), una poliamida 10 (poli(ácido 10-amino-decanoico), Nylon<sup>®</sup> 10, de la entidad DuPont), una poliamida 10,9 (poli(decametilen-azelamida), Nylon<sup>®</sup> 10,9, de la entidad DuPont), una poliamida 10,10 (poli-decametilen-sebacamida), Nylon<sup>®</sup> 10,10, de la entidad DuPont), una poliamida 11 (poli(ácido 11-amino-undecanoico), Nylon<sup>®</sup> 11, de la entidad DuPont), una poliamida 12 (poli(lauril-lactama), Nylon<sup>®</sup> 12, de la entidad DuPont, Grillamid<sup>®</sup> L20, de la entidad Ems Chemie), poliamidas aromáticas que proceden de m-xileno, una diamina y ácido adípico; unas poliamidas, que se han preparado a partir de hexametilendiamina y ácido iso- y/o tereftálico (una poli(hexametilen-isoftalamida), una poli(hexametilen-tereftalamida) y eventualmente con un elastómero como agente modificador, p.ej. una poli(2,4,4-trimetilhexametilen-tereftalamida) o una poli(m-fenilen-isoftalamida). Unos copolímeros de bloques de las poliamidas mencionadas precedentemente con unas poliolefinas, unos copolímeros de olefinas, unos ionómeros o unos elastómeros combinados químicamente o injertados; o con unos poliéteres, tales como con un poli(etilenglicol), un poli(propilenglicol) o un poli(tetrametilenglicol). Además unas poliamidas o copoliamidas modificadas con un EPDM (caucho de propileno y un dieno) o un ABS (copolímero de acrilonitrilo, butadieno y estireno) así como unas poliamidas condensadas durante la elaboración ("sistemas de poliamidas RIM").

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unas poli(ureas), unas poli(imidas), unas poli(amido-imidas), unas poli(éter-imidas), unas poli(éster-imidas), unas poli(hidantoínas) y unos poli(bencimidazoles).

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos poliésteres, que se derivan de ácidos dicarboxílicos y dialcoholes y/o de ácidos hidroxicarboxílicos o de las correspondientes lactonas tales como un poli(tereftalato de etileno), un poli(tereftalato de butileno) (Celanex<sup>®</sup> 2500, Celanex<sup>®</sup> 2002, de la entidad Celanese; Ultradrur<sup>®</sup>, de la entidad BASF), un poli-(tereftalato de 1,4-dimetilol-ciclohexano), unos poli(hidroxibenzoatos) así como unos poli(éter-ésteres) de bloques, que se derivan de unos poliéteres con grupos extremos hidroxilo; además unos poliésteres modificados con policarbonatos o con un MBS.

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos policarbonatos y poli(éster-carbonatos).

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unas polisulfonas, poli(éter-sulfonas) y poli(éter-cetonas).

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros reticulados, que se derivan de aldehídos, por un lado, y de fenoles, urea o melamina, por otro lado, tales como unas resinas de fenol y formaldehído, de urea y formaldehído y de melamina y formaldehído.

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unas resinas alquídicas secantes y no secantes.

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

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

Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unas resinas alquídicas, unas resinas de poliésteres y unas resinas de acrilatos, que son reticuladas con resinas de melamina, resinas de urea, isocianatos, isocianuratos, poliisocianatos o resinas epoxídicas.

- 5 Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unas resinas epoxídicas reticuladas, que se derivan de compuestos glicidílicos alifáticos, cicloalifáticos, heterocíclicos o aromáticos, p.ej. unos productos de bisfenol A y éteres diglicidílicos, de bisfenol F y éteres diglicidílicos que son reticulados mediante agentes endurecedores usuales, tales como p.ej. anhídridos o aminas, con o sin agentes aceleradores.

- 10 Preferiblemente, en el caso de los polímeros se trata de unas mezclas (polimezclas) de los polímeros antes mencionados tales como p.ej. las de un PP y un EPDM (de un polipropileno y un caucho de etileno, propileno y un dieno), las de una poliamida y un EPDM o ABS (de una poliamida y un caucho de etileno, propileno y un dieno o de acrilonitrilo, butadieno y estireno), las de un PVC y un EVA (de un poli(cloruro de vinilo) y un copolímero de etileno y acetato de vinilo), las de un PVC y un ABS (de un poli(cloruro de vinilo) y un copolímero de acrilonitrilo, butadieno y estireno), las de un PVC y un MBS (de un poli(cloruro de vinilo) y un copolímero de metacrilato, butadieno y estireno), las de un PC y un ABS (de un policarbonato y un copolímero de acrilonitrilo, butadieno y estireno), las de un PBTP y un ABS (de un poli(tereftalato de butileno) y un copolímero de acrilonitrilo, butadieno y estireno), las de un PC y un ASA (de un policarbonato y un copolímero de un éster acrílico, estireno y acrilonitrilo), las de un PC y un PBT (de un policarbonato y un poli(tereftalato de butileno), las de un PVC y un CPE (de un poli(cloruro de vinilo) y un polietileno clorado), las de un PVC y acrilatos (de un poli(cloruro de vinilo) y acrilatos), las de un POM y un PUR termoplástico (de un poli(oximetileno) y un poliuretano termoplástico), las de un PC y un PUR termoplástico (de un policarbonato y un poliuretano termoplástico), las de un POM y un acrilato (de un poli(oximetileno) y un acrilato), las de un POM y un MBS (de un poli(oximetileno) y un copolímero de metacrilato, butadieno y estireno), las de un PPO y un HIPS (de un poli(óxido de fenileno) y un poliestireno de alto impacto), las de un PPO y una PA 6.6 (de un poli(óxido de fenileno) y una poliamida 6.6) y sus copolímeros, las de una PA y un HDPE (de una poliamida y un polietileno de alta densidad), las de una PA y un PP (de una poliamida y un polipropileno), las de una PA y un PPO (de una poliamida y un poli(óxido de fenileno), las de un PBT, un PC y un ABS (de un poli(tereftalato de butileno), un policarbonato y un copolímero de acrilonitrilo, butadieno y estireno) y/o las de un PBT, un PET y un PC (de un poli(tereftalato de butileno), un poli(tereftalato de etileno) y un policarbonato).
- 25

- 30 Unos equipos de formulación empleables para la producción de masas de moldeo poliméricas son unas apropiadas extrusoras de un solo husillo o respectivamente extrusoras de un solo árbol o respectivamente extrusoras de un solo husillo, p.ej. de la entidad Berstorff GmbH, Hannover y de la entidad Leistritz, Nürnberg; asimismo unas extrusoras de husillos de múltiples zonas con husillos de tres zonas y husillos de compresión cortos y extrusoras de doble husillo p.ej. de la entidad Coperion Werner & Pfeleiderer GmbH & Co.KG, Stuttgart (ZSK 25, ZSK30, ZSK 40, ZSK 58, ZSK MEGACompounder 40, 50, 58, 70, 92, 119, 177, 250, 320, 350, 380) y/o de la entidad Berstorff GmbH, Hannover, Leistritz Extrusionstechnik GmbH, Nürnberg.
- 35

- 40 Son apropiadas también unas amasadoras concomitantes p.ej. de la entidad Coperion Buss Compounding Systems, Suiza-Pratteln, p.ej. MDK/E46-11D y/o unas amasadoras de laboratorio (MDK 46 de la entidad Buss, Suiza) así como unas extrusoras de anillo, p.ej. de la entidad 3+Extruder GmbH, Laufen con un anillo de tres hasta doce pequeños husillos, que giran en torno a un núcleo estático y/o unas extrusoras de rodillos planetarios p.ej. de la entidad Entex, Bochum y/o unas extrusoras con desgasificación y/o unas extrusoras de cascada y/o unos husillos de Maillefer.

Unos apropiados equipos de formulación son también unos mezcladores con dos husillos que giran en sentidos opuestos p.ej. de los tipos Compex 37 y respectivamente 70 de la entidad Krauss-Maffei Berstorff.

- 45 Unas apropiadas longitudes de husillos (L) activas conforme al invento son, en el caso de extrusoras de un solo árbol o respectivamente de extrusoras de un solo husillo, de 20 hasta 40D; en el caso de extrusoras de husillos de múltiples zonas, p.ej. de 25D con una zona de entrada (L = 10D), una zona de transición (L = 6D) y una zona de salida (L = 9D) y, en el caso de extrusoras de dos husillos, de 8 hasta 48D.

- 50 Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo de materiales sintéticos y cuerpos moldeados de materiales sintéticos ignifugados/os

Los componentes ignifugantes se mezclan con el granulado polimérico y con los eventuales aditivos y se incorporan en una extrusora de dos husillos (del tipo Leistritz LSM 30/34) a unas temperaturas de 230 hasta 260 °C (para un PBT-GV (reforzado con fibras de vidrio)) o respectivamente de 260 hasta 280 °C (para una PA 66-GV). El cordón polimérico homogeneizado se retiró, se enfrió en un baño de agua y a continuación se granuló.

- 55 Después de una suficiente desecación, las masas de moldeo se elaboraron en una máquina de moldeo por inyección (del tipo Aarburg Allrounder) a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270 °C (para un PBT-GV) o respectivamente de 260 hasta 290 °C (para una PA 66-GV) para formar cuerpos de probetas.

En unos cuerpos de probetas hechos de cada mezcla se determinaron las clases de incendios según la norma UL 94 (de Underwriter Laboratories) en unos cuerpos de probetas con un espesor de 1,5 mm. Según la norma UL 94 se establecen las siguientes clases de incendios:

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

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

V-2: inflamación de la guata de algodón mediante un escurrimiento ardiente, los demás criterios son como en el caso de V-1.

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

Composición de las mezclas de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio

El contenido de sulfato presente según el análisis se calcula como el contenido de una sal de metal alcalino (p.ej. sulfato de sodio). El metal alcalino remanente (aquí sodio), el aluminio y el fósforo (que se calcula como fosfito) se convierten por cálculo en una fórmula empírica. El balance iónico se produce en forma de iones de hidróxido. Estos resultados se reproducen en las Tablas 1 hasta 3.

Ensayo de la estabilidad térmica y formación de fosfinas

Un importante criterio para la estabilidad térmica de las mezclas conformes al invento de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio es la temperatura a la que se inicia la descomposición y se forma una fosfina ( $\text{PH}_3$ ) tóxica. La liberación de ésta debe ser evitada absolutamente en el caso de la producción de polímeros ignifugados. Para la determinación, una muestra de material se calienta en un horno tubular bajo nitrógeno circulante (30 l/h), siendo aumentada escalonadamente la temperatura. La temperatura de descomposición se ha alcanzado cuando con un tubito de comprobación de la entidad Dräger se puede detectar más de 1 ppm de  $\text{PH}_3$  (tubito de corto plazo sobre fosfuro de hidrógeno).

El invento se explica mediante los siguientes Ejemplos. Las cantidades empleadas, las condiciones, los rendimientos y los análisis se reproducen en las Tablas 1 hasta 3.

#### Ejemplo 1

1.080 g de agua se calientan a 100 °C en un matraz de cinco bocas con una capacidad de 4 litros y se agitan. Luego, en el transcurso de 2 horas se bombean al mismo tiempo 2 moles de una solución de sulfato de aluminio (contenido de Al 4,4 % en peso), a la que se han añadido 349 g de ácido sulfúrico al 25 % y 3 moles de una solución de fosfito de sodio (al 39 %). Se agita posteriormente durante 20 h a 100 °C. El material sólido se separa por filtración, se lava con agua totalmente desalinizada (VE) caliente y se seca. Después de una desecación adicional a 220 °C bajo nitrógeno, el producto contiene todavía 0,3 % de humedad residual (en un horno de mufla a 300 °C, durante 1 h). El producto es amorfo según los rayos X. La  $^{31}\text{P}$ -RMN muestra un contenido de fosfito de 100 %. En un rendimiento alto se obtiene un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio conforme al invento con una estabilidad térmica muy alta (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 360 °C).

#### Ejemplo 2

Análogamente al Ejemplo 1, se dispone previamente agua, una solución de sulfato de aluminio y una solución de fosfito de sodio, a la que se ha añadido una lejía de sosa al 25 %, se añaden dosificadamente durante 2 h mediando agitación a 100 °C y se agita posteriormente durante 16 h. El pH de la suspensión es 4 y la concentración nominal de materiales sólidos es de 5,6 % en peso. En un rendimiento alto se obtiene un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio conforme al invento con una estabilidad térmica muy alta (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 360 °C).

#### Ejemplo 3

Análogamente al Ejemplo 1, 2 moles de una solución de sulfato de aluminio y 3 moles de fosfito de sodio sólido se agitan durante 6 h a 100 °C. La concentración de materiales sólidos es de 22,8 % en peso. En un rendimiento alto se obtiene un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio conforme al invento con una estabilidad térmica muy alta (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 360 °C).

#### Ejemplo 4

3.251 g de agua se disponen previamente en un recipiente con sistema de agitación a alta presión que tiene una capacidad de 16 l, se calienta y se agita. Durante 3 h se añaden dosificadamente al mismo tiempo 6 moles (3.694 g) de una solución de sulfato de aluminio y 9 moles (3.055 g) de una solución de fosfito de sodio. La suspensión se descarga y se filtra a 80 °C, se lava con agua caliente, se vuelve a dispersar y nuevamente se lava. La torta del filtro

se seca a 220 °C en un secador Reaktortherm. En un rendimiento muy alto se obtiene un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio conforme al invento con una estabilidad térmica muy alta (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 380 °C).

#### Ejemplo 5

- 5 Análogamente al Ejemplo 1, se dispone previamente agua a 80 °C, una solución de sulfato de aluminio y una solución de fosfito de sodio se añaden dosificadamente al mismo tiempo en el transcurso de 2 h y se agitan posteriormente durante 22 h. En un rendimiento alto se obtiene un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio conforme al invento con una estabilidad térmica muy alta (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 360 °C).

#### Ejemplo 6

- 10 Análogamente al Ejemplo 4, se dispone previamente agua a 120 °C y una solución de sulfato de aluminio y una solución de fosfito de sodio se añaden dosificadamente en el transcurso de 1 h. En un rendimiento de 89 % se obtiene un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio conforme al invento con una estabilidad térmica muy alta (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 360 °C).

#### Ejemplo 7

- 15 Análogamente al Ejemplo 4, se dispone previamente agua a 155 °C y una solución de sulfato de aluminio y una solución de fosfito de sodio se añaden dosificadamente en el transcurso de 0,5 h. El rendimiento es de 85 % y la estabilidad térmica del producto es muy alta (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 360 °C).

#### Ejemplo 8

- 20 Análogamente al Ejemplo 1, se dispone previamente agua a 100 °C y una solución de sulfato de aluminio y una solución de fosfito de aluminio en exceso se añaden dosificadamente en el transcurso de 2 h y se agita posteriormente durante 22 h. En un rendimiento bueno se obtiene un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio conforme al invento con una estabilidad térmica muy alta (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 360 °C).

#### Ejemplo 9 (Comparativo)

- 25 Análogamente al Ejemplo 1, se dispone previamente agua a 100 °C y una solución de sulfato de aluminio en exceso y una solución de fosfito de aluminio se añaden dosificadamente en el transcurso de 2 h. El rendimiento y la estabilidad térmica (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 340 °C) han disminuido y la composición no es conforme al invento.

#### Ejemplo 10 (Comparativo)

- 30 Un fosfito de aluminio comercial, que no es conforme al invento, muestra en comparación una estabilidad térmica más pequeña (formación de  $\text{PH}_3$  a partir de 320 °C).

Tabla 1: Condiciones de reacción y cantidades empleadas

| Ejemplo    | Agua<br>[g] | Fuente de<br>aluminio<br>[mol] | Fuente de<br>fosfito<br>[mol] | $\text{H}_2\text{SO}_4$<br>al 25 %<br>[g] | $\text{NaOH}$<br>al 25 %<br>[g] | Tiempo<br>[h] | Temperatura<br>[°C] | pH  | Concentración de<br>materiales sólidos<br>[%] |
|------------|-------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------------------|---------------------------------|---------------|---------------------|-----|-----------------------------------------------|
| 1          | 1.080       | 2                              | 3                             | 349                                       |                                 | 22            | 100                 | 1   | 10,0                                          |
| 2          | 1.080       | 0,5                            | 0,75                          |                                           | 5                               | 18            | 100                 | 4   | 5,6                                           |
| 3          | 0           | 2                              | 3                             |                                           |                                 | 6             | 100                 | 2,8 | 22,8                                          |
| 4          | 3.251       | 6                              | 9                             |                                           |                                 | 3             | 155                 | 3,1 | 11,0                                          |
| 5          | 1.080       | 2                              | 3                             |                                           |                                 | 24            | 80                  | 2,6 | 11,0                                          |
| 6          | 3.251       | 6                              | 9                             |                                           |                                 | 1             | 120                 | 2,8 | 11,0                                          |
| 7          | 3.251       | 6                              | 9                             |                                           |                                 | 0,5           | 155                 | 2,4 | 11,0                                          |
| 8          | 1.080       | 2                              | 3,3                           |                                           |                                 | 24            | 100                 | -   | 11,8                                          |
| 9 (comp.)  | 1.080       | 2                              | 2,7                           |                                           |                                 | 24            | 100                 | -   | 10,2                                          |
| 10 (comp.) | -           | -                              | -                             |                                           |                                 |               |                     |     |                                               |

Tabla 2: Rendimientos

| Ejemplo    | Rendimiento<br>[%] | Temperatura de<br>formación de $\text{PH}_3$<br>[°C] | Humedad<br>residual<br>[% en peso] | Contenido de<br>P<br>[% en peso] | Contenido de<br>Al<br>[% en peso] | Contenido de<br>Na<br>[% en peso] | Contenido de<br>$\text{SO}_4$<br>[% en peso] |
|------------|--------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------------------|
| 1          | 95                 | 360                                                  | 0,3                                | 30,7                             | 17,9                              | 2,3                               | 0,5                                          |
| 2          | 94                 | 360                                                  | 0,35                               | 32,4                             | 17,0                              | 1,2                               | 0,23                                         |
| 3          | 96                 | 360                                                  | 1,8                                | 27,5                             | 16,8                              | 4,2                               | 5,9                                          |
| 4          | 98                 | 380                                                  | 0,27                               | 30,7                             | 18,0                              | 1,5                               | 0,29                                         |
| 5          | 93                 | 360                                                  | 1,13                               | 29,7                             | 18,3                              | 0,7                               | 1,2                                          |
| 6          | 89                 | 360                                                  | 0,49                               | 29,0                             | 18,5                              | 1,9                               | 1,9                                          |
| 7          | 87                 | 360                                                  | 0,70                               | 30,4                             | 19,3                              | 1,1                               | 0,3                                          |
| 8          | 93                 | 360                                                  | 3,61                               | 24,8                             | 16,4                              | 8,5                               | 1,0                                          |
| 9 (comp.)  | 75                 | 340                                                  | 4,90                               | 24,3                             | 18,3                              | 0,1                               | 13,4                                         |
| 10 (comp.) |                    | 320                                                  | 0,00                               | 31,62                            | 18,36                             | 0,0                               | 0,0                                          |

Tabla 3: Composiciones de los productos finales

5

| Ejemplo    | Relación<br>de P / Al<br>[mol / mol] | Fórmula empírica del<br>fosfito mixto de metal alcalino y amonio          | A<br>[% en peso] | B<br>[% en peso] |
|------------|--------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------|------------------|------------------|
| 1          | 1,50                                 | $\text{Al}_{2,00}\text{Na}_{0,3}(\text{HPO}_3)_{2,99}(\text{OH})_{0,32}$  | 99,0             | 0,7              |
| 2          | 1,53                                 | $\text{Al}_{2,00}\text{Na}_{0,14}(\text{HPO}_3)_{3,06}(\text{OH})_{0,02}$ | 99,3             | 0,3              |
| 3          | 1,42                                 | $\text{Al}_{2,00}\text{Na}_{0,19}(\text{HPO}_3)_{2,85}(\text{OH})_{0,49}$ | 89,4             | 8,9              |
| 4          | 1,49                                 | $\text{Al}_{2,0}\text{Na}_{0,18}(\text{HPO}_3)_{2,97}(\text{OH})_{0,24}$  | 99,3             | 0,4              |
| 5          | 1,41                                 | $\text{Al}_{2,00}\text{Na}_{0,02}(\text{HPO}_3)_{2,83}(\text{OH})_{0,36}$ | 97,1             | 1,8              |
| 6          | 1,37                                 | $\text{Al}_{2,00}\text{Na}_{0,13}(\text{HPO}_3)_{2,73}(\text{OH})_{0,66}$ | 96,7             | 2,8              |
| 7          | 1,37                                 | $\text{Al}_{2,00}\text{Na}_{0,12}(\text{HPO}_3)_{2,74}(\text{OH})_{0,63}$ | 98,9             | 0,4              |
| 8          | 1,32                                 | $\text{Al}_{2,00}\text{Na}_{1,15}(\text{HPO}_3)_{2,63}(\text{OH})_{1,88}$ | 94,9             | 1,5              |
| 9 (comp.)  | 1,16                                 | -                                                                         | -                | -                |
| 10 (comp.) | 1,50                                 | $\text{Al}_2(\text{HPO}_3)_3$                                             | -                | -                |

A: Fosfito mixto de un metal alcalino y aluminio y sal de metal alcalino: contenido de AAP

B: Fosfito mixto de un metal alcalino y aluminio y sal de metal alcalino: contenido de sal de metal alcalino (aquí sulfato de sodio)

10 La muy pequeña diferencia hasta 100 % en peso (en el caso de la adición de A y B) corresponde al muy pequeño contenido de humedad residual o de agua de cristalización y forma parte de la fórmula empírica (I) con un índice w muy pequeño.

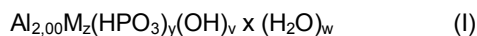
Producción de masas de moldeo poliméricas y cuerpos moldeados poliméricos ignifugados/as

15 Con 50 % en peso de un polímero de poliamida 66, 30 % en peso de fibras de vidrio, 3,6 % en peso de un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio de acuerdo con el Ejemplo 4 y 16,4 % en peso de dietilfosfinato de aluminio Exolit® OP1230 (de la entidad Clariant) se producen, de acuerdo con las prescripciones generales mencionadas, unas masas de moldeo poliméricas ignifugadas y unos cuerpos moldeados poliméricos ignifugados en forma de unas barras de probeta UL-94. El ensayo UL-94-proporciona una clasificación V-0.

20 Con 50 % en peso de un polímero de poli(tereftalato de butileno), 30 % en peso de fibras de vidrio, 3,6 % en peso de un fosfito mixto de metal alcalino y aluminio de acuerdo con el Ejemplo 4 y 16,4 % en peso de dietilfosfinato de aluminio Exolit® OP1230 (de la entidad Clariant) se producen, de acuerdo con las prescripciones generales mencionadas, unas masas de moldeo poliméricas ignifugadas y unos cuerpos moldeados poliméricos ignifugados en forma de unas barras de probeta UL-94. El ensayo UL-94 proporciona una clasificación V-0.

## REIVINDICACIONES

## 1. Fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de la Fórmula (I)



5 en la que

M significa iones de metales alcalinos  
 Z significa desde 0,01 hasta 1,5,  
 y significa desde 2,63 hasta 3,5,  
 10 v significa desde 0 hasta 2,  
 w significa desde 0 hasta 4.

## 2. Fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizados por que

15 M significa Na o K,  
 z significa desde 0,10 hasta 1,2,  
 y significa desde 2,75 hasta 3,1,  
 v significa desde 0,05 hasta 0,5,  
 w significa desde 0 hasta 1.

## 3. Fosfitos mixtos de metales alcalinos de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizados por que

20 M M significa Na,  
 z significa desde 0,15 hasta 0,4,  
 y significa desde 2,80 hasta 3,  
 v significa 0,1 hasta 0,4,  
 w significa desde 0,01 hasta 0,1.

## 4. Fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizados por que ellos tienen

25 un tamaño de partículas de 0,1 hasta 1.000  $\mu\text{m}$ ,  
 una solubilidad en agua de 0,01 g/l hasta 10 g/l,  
 una densidad a granel de 80 hasta 800 g/l,  
 30 una humedad residual de 0,1 hasta 5 %  
 y una estabilidad térmica en lo que se refiere a la formación de  $\text{PH}_3$  de 325 hasta 450 °C .

5. Un procedimiento para la preparación de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado por que una fuente de aluminio y una fuente de fosfito se llevan a cristalización en un disolvente, en el que se dispone previamente un disolvente exento de nitrógeno y la fuente de aluminio y la fuente de fosfito se añaden al mismo tiempo y la fuente de fosfito se añade en una velocidad de 10 a 100 % de la cantidad empleada de fosfito por hora y la fuente de aluminio se añade dosificadamente en una velocidad de 10 a 100 % de la cantidad empleada de aluminio por hora, y en el caso de la fuente de aluminio se trata de unas sales de aluminio, cloruros, bromuros, hidróxidos, hidratos de peróxidos, sulfitos, sulfatos, hidratos de sulfatos, hidrógenosulfatos, peroxosulfatos, peroxodisulfatos, nitratos, carbonatos, percarbonatos, estannatos, boratos, perboratos, hidratos de perboratos, formiatos, acetatos, propionatos, lactatos y/o ascorbatos de aluminio y en el caso de la fuente de fosfito se trata de fosfitos de metales alcalinos.

6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por que él se realiza a unas temperaturas de 0 hasta 300 °C, durante unos períodos de tiempo de reacción de  $10^{-7}$  hasta  $10^2$  h y a unas presiones de 1 hasta 200 MPa y la solución de cristalización tiene un pH de 0 hasta 7 y una concentración de 1 hasta 50 % en peso de material sólido en la suspensión.

7. Una utilización de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 como producto intermedio para otras síntesis, como agente aglutinante, como agente reticulante o agente acelerador al efectuar el endurecimiento de resinas epoxídicas, poliuretanos y resinas de poliésteres insaturados, como agente estabilizador de polímeros, como agente fotoprotector, como agente secuestrante, como aditivo para aceites minerales, como agente protector contra la corrosión, en aplicaciones de agentes de lavado y de limpieza y en aplicaciones electrónicas.

8. Una utilización de fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, como sustancia sinérgica; como sustancia sinérgica en mezclas de agentes ignifugantes y en agentes ignifugantes, particularmente en agentes ignifugantes para barnices transparentes y revestimientos intumescentes, en agentes ignifugantes para madera y otros productos que contienen celulosa, en agentes ignifugantes reactivos y/o no reactivos para polímeros, para la producción de masas de moldeo poliméricas ignifugadas, para la producción de cuerpos moldeados poliméricos ignifugados y/o para el apresto ignifugante de tejidos mixtos y puros de poliésteres y celulosa por impregnación.

9. Unas masas de moldeo poliméricas, unos cuerpos moldeados, unas películas, unos hilos y/o unas fibras poliméricos/as termoplásticas y termoestables ignifugadas/os que contienen de 0,1 hasta 45 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4, de 55 hasta 99,9 % en peso de un polímero termoplástico o termoestable o de unas mezclas de los mismos, de 0 hasta 55 % en peso de unos aditivos y de 0 hasta 55 % en peso de un material de carga o respectivamente de unos materiales de refuerzo, siendo de 100 % en peso la suma de los componentes.
10. Unas masas de moldeo poliméricas, unos cuerpos moldeados, unas películas, unos hilos y/o unas fibras poliméricos/as termoplásticas y termoestables ignifugadas/os que contienen de 0,1 hasta 45 % en peso de una mezcla de agentes ignifugantes a base de 0,1 hasta 50 % en peso de unos fosfitos mixtos de metales alcalinos y aluminio de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 hasta 4 y de 50 hasta 99,9 % en peso de unos agentes ignifugantes, de 55 hasta 99,9 % en peso de un polímero termoplástico o termoestable o de unas mezclas de los mismos, de 0 hasta 55 % en peso de unos aditivos y de 0 hasta 55 % en peso de un material de carga o respectivamente de unos materiales de refuerzo, siendo de 100 % en peso la suma de los componentes.
11. Unas masas de moldeo poliméricas, unos cuerpos moldeados, unas películas, unos hilos y/o unas fibras poliméricos/as termoplásticos/as y termoestables ignifugadas/os de acuerdo con la reivindicación 9 ó 10, caracterizadas/os por que el fosfito mixto de metal alcalino y aluminio contiene hasta 20 % en peso de unas sales de metales alcalinos.
12. Unas masas de moldeo poliméricas, unos cuerpos moldeados, unas películas, unos hilos y/o unas fibras poliméricos/as termoplásticos/as y termoestables ignifugadas/os de acuerdo con las reivindicaciones 10 u 11, caracterizadas/os por que en el caso de los agentes ignifugantes se trata de ácidos dialquilfosfínicos y/o de sus sales; de unos productos de condensación de la melamina y/o de unos productos de reacción de la melamina con ácido fosfórico y/o de unos productos de reacción de productos de condensación de la melamina con un ácido polifosfórico o de unas mezclas de los mismos; de fosfatos nitrogenados de las fórmulas  $(\text{NH}_4)_y \text{H}_{3-y} \text{PO}_4$  o respectivamente  $(\text{NH}_4\text{PO}_3)_z$ , con y igual a 1 hasta 3 y z igual a 1 hasta 10.000; de benzoguanamina, isocianurato de tris(hidroxietilo), alantoína, glicourilo, melamina, cianurato de melamina, diciandiamida y/o guanidina; de óxido de magnesio, óxido de calcio, óxido de aluminio, óxido de zinc, óxido de manganeso, óxido de estaño, hidróxido de aluminio, boehmita, dihidrotalcita, hidrocalumita, hidróxido de magnesio, hidróxido de calcio, hidróxido de zinc, hidrato de óxido de estaño, hidróxido de manganeso, borato de zinc, silicato de zinc de carácter básico y/o estannato de zinc.
13. Unas masas de moldeo poliméricas, unos cuerpos moldeados, unas películas, unos hilos y/o unas fibras poliméricos/as termoplásticos/as y termoestables ignifugadas/os de acuerdo con la reivindicación 10 u 11, caracterizadas/os por que en el caso del agente ignifugante se trata de melam, melem, melon, pirofosfato de dimelamina, un polifosfato de dimelamina, un polifosfato de melam, un polifosfato de melon y/o un polifosfato de melem y/o de polisales mixtas de los mismos y/o de hidrógenofosfato de amonio, dihidrógenofosfato de amonio y/o de un polifosfato de amonio.
14. Unas masas de moldeo poliméricas, unos cuerpos moldeados, unas películas, unos hilos y/o unas fibras poliméricos/as termoplásticos/as y termoestables ignifugadas/os de acuerdo con la reivindicación 10 u 11, caracterizadas/os por que en el caso del agente ignifugante se trata de hipofosfito de aluminio, hipofosfito de zinc, hipofosfito de calcio, fosfito de sodio, ácido monofenilfosfínico y sus sales, unas mezclas de ácidos dialquilfosfínicos y sus sales con ácidos monoalquilfosfínicos y sus sales, un ácido 2-carboxietil-alkilfosfínico y sus sales, ácido 2-carboxietil-metilfosfínico y sus sales, un ácido 2-carboxietil-arilfosfínico y sus sales, ácido 2-carboxietilfenil-fosfínico y sus sales, oxa-10-fosfafenantrenos (DOPO) y sus sales y aductos con para-benzoquinona o respectivamente ácido itacónico y sus sales.