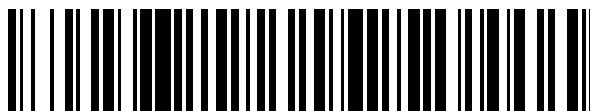


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 731 224**

51 Int. Cl.:

C09D 183/14 (2006.01)

C09K 21/14 (2006.01)

C09D 183/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.02.2014 PCT/EP2014/000516**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2014 WO14139639**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.02.2014 E 14707328 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.05.2019 EP 2964713**

54 Título: **Agente ignífugo pulverulento revestido**

30 Prioridad:

09.03.2013 DE 102013004170

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

14.11.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MARRWITZ, DANIELA y
STORK, ANNEMARIE**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 731 224 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

Agente ignífugo pulverulento revestido

La invención se refiere a un agente ignífugo pulverulento revestido, a un procedimiento para su producción y a su empleo.

5 Como es sabido, se emplean fosfatos amónicos, polifosfatos amónicos, fosfatos de melamina, boratos de melamina y cianuratos de melamina como agentes ignífugos exentos de halógeno, entre otros, para materiales sintéticos, materiales textiles y en revestimientos intumescentes.

10 Si bien estos agentes ignífugos conceden una buena acción ignífuga a los materiales sintéticos, debido a la solubilidad en agua presente de los agentes ignífugos, con el tiempo tiene lugar una migración de los mismos, por ejemplo de los materiales sintéticos, a través de la humedad del aire y otras influencias medioambientales.

Por lo tanto, no han faltado intentos de equipar los agentes ignífugos de modo que sean insensibles a hidrólisis y se muestren también resistentes frente a otras influencias, para que su eficacia en el correspondiente material sintético no disminuya.

15 De este modo, por ejemplo, en el documento DE-A-3316880 se describe un procedimiento para la producción de polifosfato amónico estable a hidrólisis, insoluble en agua. En este caso se reviste polifosfato amónico con resinas de melamina-formaldehído, o bien fenol-formaldehído.

El inconveniente de este procedimiento de revestimiento, también llamado procedimiento de recubrimiento, es el empleo en sí de formaldehído tóxico, así como la liberación parcial de formaldehído en la producción y el empleo de materiales sintéticos ignífugos, materiales textiles o revestimientos intumescentes.

20 En el caso de empleo de polifosfato amónico encapsulado con melamina-formaldehído en la aplicación textil se debe cumplir el ÖkoTex-Standard 100. Según clase de producto, se debe liberar como máximo 0,1 ppm de formaldehído. El valor MAK para formaldehído en sí asciende a 0,5 ppm. Por lo tanto, se buscan alternativas para formaldehído.

25 En el documento JP-A-2006028488 se describe un polifosfato amónico, que se trató superficialmente con resinas de organosilicona para reducir la solubilidad en agua del polifosfato amónico. En este caso, el campo de empleo es el revestimiento textil en vehículos.

En el documento EP-A-0970985 se describe un procedimiento para la producción de agentes ignífugos modificados superficialmente, en el que se emplean silanos organofuncionales y organosiloxanos oligoméricos. De este modo se reduce la solubilidad en agua en 17 hasta como máximo 60 %, en comparación con agentes ignífugos no tratados.

30 En el documento EP-A-1674551 se da a conocer un polifosfato amónico pulverulento, revestido, como agente ignífugo que contiene alcoxisilanos que contienen grupos amino como agente de revestimiento.

Por lo tanto, existía la tarea de obtener una reducción adicional de la solubilidad en agua de determinados agentes ignífugos.

Esta tarea se soluciona empleándose silazanos, o bien mezclas de silazanos con organosiloxanos, como agentes de revestimiento.

35 Sorprendentemente se descubrió que la solubilidad en agua de agentes ignífugos se puede reducir claramente mediante empleo de silazanos, o bien mezclas de silazanos con organosiloxanos como agentes de revestimiento. Además, de este modo se reduce la migración de agentes ignífugos de los materiales sintéticos, y se disminuye la viscosidad del agente ignífugo.

40 Por lo tanto, la invención se refiere a un agente ignífugo pulverulento revestido, que está caracterizado por que, en el caso del agente ignífugo, se trata de agentes ignífugos que contienen fósforo y/o que contienen nitrógeno, y se emplean silazanos y/o mezclas de silazano-organosiloxano según la reivindicación 1 como agentes de revestimiento.

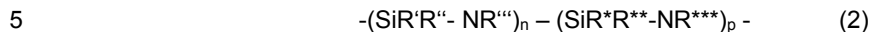
45 En el caso de los agentes ignífugos que contienen fósforo y/o que contienen nitrógeno se trata preferentemente de ortofosfato amónico, difosfato amónico, polifosfatos amónicos, fosfatos de melamina, ortofosfatos de melamina, difosfato de melamina, polifosfato de melamina, pirofosfato de melamina, borato de melamina, cianurato de melamina, borofosfato de melamina, 1.X-ftalato de melamina y/u oxalato de melamina; de melem, melam, melón, polifosfato de melam, polifosfato de melem y/o polifosfato de melón.

En el caso de los agentes ignífugos que contienen fósforo y/o que contienen nitrógeno se trata preferentemente de fosfato amónico y/o polifosfato amónico.

Como silazanos se emplean silazanos diméricos y/o poliméricos de la Fórmula (1)

50
$$-(SiR''-NR''')_n - \quad (1)$$

siendo R', R'' y R''' iguales o diferentes y representando, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alquilo arilo, vinilo o (trialcoxisilil)alquilo, en caso dado sustituido, y tratándose en el caso de n de un número entero, y estando dimensionado n de modo que el silazano presente un peso molecular promedio en número de 70 a 150.000 g/mol, y/o también aquellos de la Fórmula (2)



representando R', R'', R''', R*, R** y R***, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alquilo arilo, vinilo o (trialcoxisilil)alquilo, en caso dado sustituido, y estando dimensionados n y p de modo que el silazano presente un peso molecular promedio en número de 150 a 150.000 g/mol.

10 En este caso son especialmente apropiados aquellos silazanos de la Fórmula 1 y/o 2, en los que R', R'', R''', R*, R** y R***, independientemente entre sí, representan un resto del grupo hidrógeno, metilo, etilo, propilo, iso-propilo, butilo, iso-butilo, terc-butilo, fenilo, vinilo o 3-(trietoxisilil)propilo, 3-(trimetoxisilil)propilo.

Preferentemente, en el silazano de la Fórmula (2)

- R', R'' y R*** representan hidrógeno, y R'', R* y R** representan metilo y/o vinilo, o
- R' y R''' representan hidrógeno, R'', R* y R** representan metilo, y R*** representa (trialcoxisilil)propilo, o
- 15 - R', R'', R* y R*** representan hidrógeno, y R'' y R** representan metilo.

En el caso del organosiloxano de las mezclas de silazano-organosiloxano se trata preferentemente de alcoxisiloxanos y/o alcoxisiloxanos oligoméricos que contienen grupos alquilo, alcoxi, aminoalquilo, arilo y/o vinilo, lineales, ramificados, funcionalizados y/o cíclicos.

20 En el caso del organosiloxano se trata preferentemente de 3-aminopropiltrialcoxisilano, 3-aminopropilmetildialcoxisilano, 3-glicidiloxipropiltrialcoxisilano, 3-acriloxipropiltrialcoxisilano, 3-metacriloxipropiltrialcoxisilano, viniltrialcoxisilano, vinil-tris(2-metoxietoxi)silano, propiltrialcoxisilano, butiltrialcoxisilano, pentiltrialcoxisilano, hexiltrialcoxisilano, heptiltrialcoxisilano, octiltrialcoxisilano, propilmetildialcoxisilano, butilmetildialcoxisilano y/o feniltrialcoxisilano, fenilmetildialcoxisilano y/o alcoxisiloxanos oligoméricos vinilfuncionales, arilfuncionales y/o alquilfuncionales.

25 La invención comprende también un agente ignífugo pulverulento revestido, que está caracterizado por que se aplican 1 a 50 partes en peso de silazano, o de una mezcla de silazano y organosiloxano según la reivindicación 1, sobre 100 partes en peso de agente ignífugo.

30 La invención se refiere también a un procedimiento para la producción de un agente ignífugo pulverulento revestido según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que los silazanos y/o las mezclas de silazano-organosiloxano se aplican directamente o en forma de una disolución sobre el agente ignífugo pulverulento.

Los silazanos y/o las mezclas de silazano-organosiloxano se aplican preferentemente mediante pulverización, atomización, goteo o vertido sobre el agente ignífugo pulverulento, mantenido en movimiento mediante mezcladores, amasadores, agitadores o gas.

35 El procedimiento según la invención se realiza preferentemente de modo que el agente ignífugo esté temperado previamente a una temperatura de 10 a 200°C.

A continuación se endurece preferentemente durante 5 min a 24 h a temperaturas de 10 a 200°C.

También es preferente un procedimiento en el que el agente ignífugo se suspende en un disolvente y se calienta a 10 hasta 200°C con los silazanos y/o las mezclas de silazano-organosiloxano durante 5 min a 24 h bajo agitación.

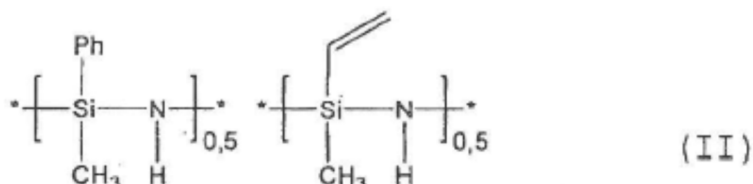
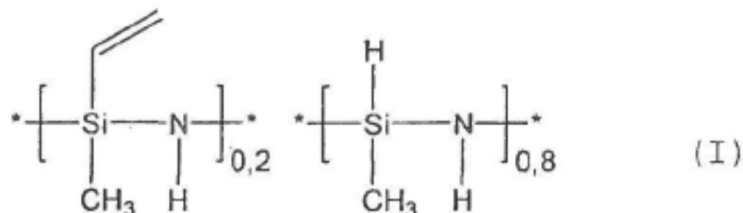
40 También en este caso, a continuación se endurece preferentemente durante 5 min a 24 h a temperaturas de 10 a 200°C.

Las mezclas de silazano-organosiloxano se aplican preferentemente en una proporción ponderal de silazano respecto a organosiloxano de 100 : 0 a 1 : 99.

De modo especialmente preferente, las mezclas de silazano-organosiloxano se aplican en una proporción ponderal de silazano respecto a organosiloxano de 75 : 25 a 1 : 99.

45 Finalmente, la invención se refiere también al empleo del agente ignífugo pulverulento revestido según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8 en revestimientos intumescientes, poliolefinas y otros polímeros, así como materiales textiles.

Los polisilazanos corresponden esencialmente, por ejemplo, a las siguientes estructuras:



El procedimiento según la invención se puede realizar de diversas maneras.

- 5 De este modo, en una forma de realización del procedimiento, el silazano, o bien la mezcla de silazano y organosiloxano, se aplica sobre el agente ignífugo pulverulento. En este caso, el polvo se mantiene en movimiento, y el agente de revestimiento se añade en forma pura o en disolución (5 a 80 % en peso). La aplicación de silazano, o bien de la mezcla de silazano y organosiloxano, se puede efectuar mediante pulverización, atomización, goteo o vertido, mientras que el polvo de agente ignífugo se mantiene en movimiento mediante mezcladores, amasadores, agitadores o gas. A continuación se seca a temperatura elevada (10 a 200°C) durante 5 min a 24 h.

- 10 El polvo se mantiene en movimiento preferentemente en, o bien mediante los siguientes agregados:

Mezcladores de reja, mezcladores de paso anular y de capa anular, mezcladores intensivos, mezcladores de palas de dos árboles, mezcladores de caída libre, mezcladores de husillo epicíclicos, máquinas mezcladoras planetarias, mezcladores de cono doble, mezcladores de lecho fluidizado, mezcladores de chorro de aire, mezcladores de pulverización, torres de pulverización, mezcladores oscilantes, o bien de contenedor, mezcladores de fluidos y mezcladores refrigerantes.

- 15

Naturalmente, también en este caso son apropiados agregados no indicados.

En otra forma de realización del procedimiento, el agente ignífugo se suspende en un disolvente y se calienta con el silazano, o una mezcla de silazano y organosiloxano, durante 5 min a 24 h bajo agitación, a 10 hasta 200°C, preferentemente a 50 hasta 180°C. Tras filtración y lavado se seca a 10 hasta 200°C durante 5 min a 24 h.

- 20 Preferentemente se aplican 1 a 30 partes en peso de silazano o de una mezcla de silazano y organosiloxano sobre 100 partes en peso de agente ignífugo.

Como organosiloxanos apropiados se pueden emplear, por ejemplo, Dynasylan® AMEO, Dynasylan® PTEO, Dynasylan® OCTEO, Dynasylan® MTMS, Dynasylan® 6498, Dynasylan® 6490 y Protectosil® 166.

- 25 Como disolvente para el revestimiento a base de silazano son apropiados especialmente disolventes orgánicos. En este caso se trata, por ejemplo, de hidrocarburos alifáticos o aromáticos, hidrocarburos halogenados, ésteres como acetato de etilo o acetato de butilo, cetonas como acetona o metiletilcetona, éteres como tetrahidrofurano o dibutiléter, así como dialquiléteres de mono- y polialquilenglicol (Glymes) o mezclas de estos disolventes. En el caso de empleo de mezclas de silazano-organosiloxano se emplean adicionalmente alcoholes orgánicos como etanol, isopropanol y metanol, así como agua, como disolvente.

- 30 Preferentemente se emplean agentes ignífugos pulverulentos con un tamaño de grano medio de 1 a 100 µm.

Como silazanos se emplean silazanos diméricos y poliméricos de la Fórmula 1, o bien de la Fórmula (2), que se emplean como agentes antigraffiti y en revestimientos repelentes de la suciedad.

Son ejemplos de los silazanos empleados KiON® HTA 1500, KiON® HTT 1800, KiON® ML 33, KiON® ML 100, KiON® VL 100, Ceraset® PSZ 20, Ceraset® PSZ MS.

- 35 Los agentes ignífugos pulverulentos revestidos según la invención, conforme a una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, se emplean preferentemente en revestimientos intumescentes. Los revestimientos intumescentes, también llamados revestimientos ignífugos que forman capa aislante, se distinguen por que, en caso de incendio, se espuman bajo correspondiente acción térmica, y mediante este espumado de este revestimiento ignífugo se impide, o al menos se obstaculiza el paso de calor a construcciones de acero, techos, paredes, cables, tubos y similares. En este caso,

el grosor de capa de espuma asciende a varios centímetros, e impide una acción directa del fuego sobre los materiales y las construcciones que se encuentran bajo la capa de espuma durante un cierto intervalo de tiempo.

5 Los revestimientos ignífugos que forman capa aislante preferentes se producen a base de sustancias que forman espuma y que forman carbono en caso de incendio, aglutinantes filmógenos, agentes propulsores y adyuvantes y aditivos habituales.

10 Como aglutinantes filmógenos se pueden emplear, por ejemplo, homopolímeros a base de acetato de vinilo, copolímeros a base de acetato de vinilo, etileno y cloruro de vinilo; a base de acetato de vinilo y el éster vinílico de un ácido carboxílico; a base de acetato de vinilo y di-n-butiléster de ácido maleico o acrilato; a base de estireno y acrilato y/o copolímeros a base de acrilato, copolímero de viniltolueno/acrilato, copolímero de estireno/acrilato, copolímero de vinilo/acrilato, dispersiones de poliuretano autorreticulantes.

Son sustancias que forman espuma especialmente apropiadas las sales amónicas de ácidos fosfóricos y/o ácidos polifosfóricos. Éstas pueden estar encapsuladas o no encapsuladas.

Como sustancias que forman carbono se emplean hidratos de carbono, preferentemente pentaeritrita, dipentaeritrita, tripentaeritrita y/o policondensados de pentaeritrita.

15 Como agentes propulsores son apropiadas melamina y/o guanidina, así como sus sales y/o dicianidamidas, preferentemente fosfato de melamina, cianurato de melamina, borato de melamina, silicano de melamina y/o fosfato de guanidina.

20 El revestimiento ignífugo que forma capa aislante puede contener además polifosfato de melamina, sales de ácido dialquifosfínico y otros compuestos de fósforo, así como, a modo de adyuvantes y aditivos, fibras de vidrio, fibras minerales, caolín, talco, óxido de aluminio, hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio, ácidos silícicos de precipitación, silicatos y/o celulosas pulverizadas, y otros.

Los revestimientos ignífugos citados anteriormente (revestimientos intumescentes) se emplean predominantemente en forma de una pintura extensible, pulverizable o aplicable por rodillo, para la protección de los más diversos sustratos, preferentemente de acero, madera, cables eléctricos y tubos.

25 Los agentes ignífugos pulverulentos revestidos según la invención, conforme a una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, también se emplean preferentemente en poliolefinas.

30 Son poliolefinas preferentes, por ejemplo, polímeros de mono- y diolefinas (por ejemplo etileno, propileno, iso-butileno, buteno, 4-metilpenteno, isopreno, butadieno, estireno), como por ejemplo polipropileno, poliisobutileno, polibut-1-eno, poli-4-metilpent-1-eno, poliestireno, poli-(p-metilestireno) y/o poli-(alfa-metilestireno), poliisopreno o polibutadieno, y polietileno (en caso dado reticulado), como por ejemplo polietileno con alta densidad (HDPE), polietileno con alta densidad y peso molecular elevado (HDPE-HMW), polietileno con alta densidad y peso molecular ultraelevado (HDPE-UHMW), polietileno con densidad media (HMDPE), polietileno con baja densidad (LDPE), polietileno lineal con baja densidad (LLDPE), polietileno con muy baja densidad (VLDPE), polietileno ramificado con baja densidad (BLDPE), también polímeros de cicloolefinas, como por ejemplo de ciclopenteno o norborneno.

35 Según el estado de la técnica, las poliolefinas citadas anteriormente, en especial polietilenos y polipropilenos, se producen preferentemente, por ejemplo, mediante polimerización radicalaria (normalmente a presión elevada y a temperaturas elevadas) o polimerización catalítica mediante catalizadores de metales de transición.

40 Además son polímeros preferentes mezclas (combinaciones) de las poliolefinas indicadas anteriormente, como por ejemplo polipropileno con poliisobutileno, polietileno con poliisobutileno, polipropileno con polietileno (por ejemplo PP/HDPE/LDPE) y mezclas de diversos tipos de polietileno (por ejemplo LDPE/HDPE).

45 Además son polímeros preferentes copolímeros de mono- y diolefinas entre sí, y de mono- y diolefinas con otros monómeros vinílicos, como por ejemplo copolímeros de etileno-propileno; LLDPE, VLDPE, y mezclas de los mismos con LDPE; copolímeros de propileno-but-1-eno, copolímeros de propileno-iso-butileno, copolímeros de etileno-but-1-eno, copolímeros de etileno-hexeno, copolímeros de etileno-metilpenteno, copolímeros de etileno-hepteno, copolímeros de etileno-octeno, copolímeros de propileno-butadieno, copolímeros de iso-butileno-isopreno, copolímeros de etileno-acrilato de alquilo, copolímeros de etileno-metacrilato de alquilo, copolímeros de etileno-acetato de vinilo, copolímeros de estireno o alfa-metilestireno con dienos o derivados acrílicos, como por ejemplo estireno-butadieno, estireno-acrilonitrilo, estireno-metacrilato de alquilo, estireno-butadieno-acrilato y metacrilato de alquilo, estireno-anhídrido de ácido maleico, estireno-acrilonitrilo-acrilato de metilo; mezclas de tenacidad al impacto elevada a partir de copolímeros de estireno y otro polímero, como por ejemplo un poli-acrilato, un polímero de dieno o un terpolímero de etileno-propileno-dieno; así como copolímeros en bloques de estireno, como por ejemplo estireno-butadieno-estireno, estireno-isopreno-estireno, estireno-etileno/butileno-estireno o estireno-etileno/propileno-estireno, también copolímeros de injerto de estireno o alfa-metilestireno, como por ejemplo estireno sobre polibutadieno, estireno sobre copolímeros de polibutadieno-estireno o polibutadieno-acrilonitrilo, estireno y acrilonitrilo (o bien metacrilonitrilo) sobre polibutadieno; estireno, acrilonitrilo y metacrilato de metilo sobre polibutadieno; estireno y anhídrido de ácido maleico sobre polibutadieno; estireno, acrilonitrilo y anhídrido de ácido maleico o imida de ácido maleico sobre polibutadieno;

5 estireno e imida de ácido maleico sobre polibutadieno, estireno y acrilatos de alquilo, o bien metacrilatos de alquilo sobre polibutadieno, estireno y acrilonitrilo sobre terpolímeros de etileno-propileno-dieno, estireno y acrilonitrilo sobre acrilatos de polialquilo o metacrilatos de polialquilo, estireno y acrilonitrilo sobre copolímeros de acrilato-butadieno, así como sus mezclas, como son conocidas, por ejemplo, como los denominados polímeros ABS, MBS, ASA o AES; también sus copolímeros con monóxido de carbono o copolímeros de etileno-ácido acrílico y sus sales (ionómeros), y también terpolímeros de etileno con propileno y un dieno, como por ejemplo hexadieno, dicitlopentadieno o etilidennorborneno; y mezclas de tales copolímeros entre sí y/u otros polímeros, por ejemplo copolímero de polipropileno-etileno-propileno, copolímero de LDPE-etileno-acetato de vinilo, copolímero de LDPE-etileno-ácido acrílico, copolímero de LLDPE-etileno-acetato de vinilo, copolímero de LLDPE-etileno-ácido acrílico, y copolímeros de polialquileno-monóxido de carbono alternantes o estadísticos, y mezclas de los mismos con otros polímeros, como por ejemplo poliamidas.

15 No obstante, los agentes ignífugos pulverulentos revestidos según la invención, conforme a una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, se pueden emplear también en un campo amplio de polímeros. A éstos pertenecen principalmente polímeros termoplásticos, como poliéster, poliestireno o poliamida, y polímeros duroplásticos, como resinas de poliéster insaturadas, resinas epoxi, poliuretanos o acrilatos.

Los poliésteres apropiados se derivan de ácidos dicarboxílicos y sus ésteres y dioles y/o de ácidos hidroxycarboxílicos o las correspondientes lactonas. De modo especialmente preferente se emplea ácido tereftálico y etilenglicol, propan-1,3-diol y butan-1,3-diol.

20 Entre otros, son poliésteres apropiados tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno (Celanex® 2500, Celanex® 2002, firma Celanese; Ultradur®, firma BASF), tereftalato de poli-1,4-dimetilciclohexano, polihidroxibenzoatos, así como poliésteres en bloques, que se derivan de poliésteres con grupos hidroxilo terminales; además de poliésteres modificados con policarbonatos o MBS.

25 Correspondientemente, los agentes ignífugos pulverulentos revestidos según la invención, conforme a una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, se pueden emplear además en, o bien sobre materiales textiles, sin reducir sus propiedades.

Los agentes ignífugos según la invención se pueden aplicar también sobre materiales flexibles, en especial materiales textiles, en distribución estadística o en un patrón determinado, por ejemplo en forma de puntos. Tales materiales textiles se emplean, por ejemplo, en la decoración de interiores de hoteles, teatros y centros de congresos, así como en medios de transporte (bus, tren, automóvil, avión, etc).

30 Los agentes ignífugos según la invención se pueden emplear junto con otros agentes ignífugos, como se describen, por ejemplo, en Römpps Chemie-Lexikon, 10ª ed., (1996) bajo la palabra clave "agentes ignífugos", y en otros lugares.

En suma, los agentes ignífugos según la invención pueden actuar por separado o en acción con otras sustancias favoreciendo la carbonización, sofocando el fuego, formando capa barrera, formando capa aislante, y de otro modo.

35 Para todas las aplicaciones citadas anteriormente en polímeros, en especial olefinas, así como en o para revestimientos intumescentes que forman capa aislante y materiales textiles, a los sistemas ignífugos, o bien materiales, se pueden añadir otros aditivos, en especial antioxidantes, antiestáticos, agentes propulsores, otros agentes ignífugos, estabilizadores térmicos, modificadores de tenacidad al impacto, adyuvantes de proceso, agentes deslizantes, agentes de protección solar, agentes antigoteo, compatibilizadores, sustancias de refuerzo, cargas, agentes de germinación, agentes de nucleación, aditivos para el marcado láser, estabilizadores de hidrólisis, prolongadores de cadenas, pigmentos de color, plastificantes y/o agentes de plastificación.

40 La invención se explica mediante los siguientes ejemplos.

Determinación de la solubilidad en agua

45 Para la determinación de la solubilidad en agua se produjo una suspensión al 10 % en peso de agente ignífugo en agua a 25°C, se agitó y se filtró. El residuo anhidro del filtrado, referido a la cantidad de empleo, corresponde a la solubilidad en agua de este agente ignífugo.

Determinación de la viscosidad

Para la determinación de la viscosidad se produjo una suspensión al 10 % en peso de agente ignífugo en agua a 25°C y se agitó. Se determinó la viscosidad por medio de viscosímetro de Brookfield.

Se emplean

50 KiON®-HTA1500 AZ Electronics Materials,

KiON® ML33 AZ Electronics Materials,

Dynasytan® OCTEO Evonik.

Ejemplo 1

Se pulverizaron 100 g de polifosfato amónico en un mezclador bajo movimiento con 10 g de disolución de KiON-HTA1500-acetato de butilo, y se mezcló durante 30 min adicionalmente. A continuación se secó a 130°C durante 20 min. Los valores para la solubilidad en agua se indican en la Tabla 1.

5 Ejemplo 2

Se pulverizaron 100 g de polifosfato amónico en un mezclador bajo movimiento con 20 g de disolución de KiON-HTA1500-hexano, y se mezcló durante 30 min adicionalmente. A continuación se secó a 180°C durante 20 min. Los valores para la solubilidad en agua se indican en la Tabla 1.

Ejemplo 3

10 Se pulverizaron 300 g de polifosfato amónico en un mezclador bajo movimiento con 30 g de disolución de KiON-ML33-acetato de butilo, y se mezcló durante 30 min adicionalmente. A continuación se secó a 180°C durante 30 min. Los valores para la solubilidad en agua y la viscosidad se indican en la Tabla 1.

Ejemplo 4

15 Se pulverizaron 100 g de polifosfato amónico en un mezclador bajo movimiento con 20 g de disolución de Dynasytan OCTEO-etanol, y se mezcló durante 30 min adicionalmente. A continuación se secó a 180°C durante 20 min. Los valores para la solubilidad en agua y la viscosidad se indican en la Tabla 1.

Ejemplo 5

Se procedió análogamente al Ejemplo 4, pero se emplearon 20 g de una mezcla 1 : 1 de disolución de Dynasytan OCTEO-KiON ML33-etanol. Los valores para la solubilidad en agua y la viscosidad se indican en la Tabla 1.

20

Tabla 1

Solubilidad en agua (suspensión al 10 % en peso, 25°C) y viscosidad (suspensión al 10 % en peso, 25°C)		
Agente ignífugo	Solubilidad en agua [%]	Viscosidad [mPa*s]
Polifosfato amónico no tratado	0,40	43
Ejemplo 1	0,09	n.d.*
Ejemplo 2	0,05	n.d.*
Ejemplo 3	0,20	22
Ejemplo 4 (comparativo)	0,26	37
Ejemplo 5	0,13	25

n.d.*: no determinado

Como muestra la tabla 1, la solubilidad en agua de los agentes ignífugos según la invención se puede reducir en gran medida frente al ejemplo comparativo.

25 Mediante la adición de silazano a un revestimiento con organosiloxanos se puede reducir en gran medida la solubilidad en agua en comparación con un revestimiento con siloxanos puros.

La viscosidad del agente ignífugo se reduce mediante revestimiento con silazanos, o bien con mezcla de silazano-organosiloxano. Esto facilita la producción de pinturas intumescientes, ya que de este modo se influye menos, por ejemplo, sobre la viscosidad de éstas.

30 Por lo demás, se midió la pérdida de peso en el almacenamiento en agua. En este caso se produjo un cuerpo de ensayo a partir de polipropileno ignífugo por medio de extrusión. Se pesó éste y se almacenó en agua en un baño temperado a 25°C, agitado. Después de 30 días se secaron los cuerpos de ensayo primeramente 48 horas a 80°C, y a continuación se pesaron de nuevo. Se midió la pérdida de masa.

35

Tabla 2: pérdida de peso en el almacenamiento en agua

Agente ignífugo	Pérdida de peso en el almacenamiento en agua [%]
Polifosfato amónico no tratado	1,5
Ejemplo 2	0,2
Ejemplo 4	0,8
Ejemplo 5	0,4

5 Debido a la menor solubilidad en agua, los agentes ignífugos revestidos según la invención son apropiados para empleo en poliolefinas, como por ejemplo polietileno, polipropileno, poliéster, etc., y aplicaciones textiles. Por ejemplo, mediante empleo de polifosfato amónico revestido en polipropileno se puede reducir la migración en comparación con polifosfato amónico no tratado.

Debido a la menor solubilidad en agua citada anteriormente, los agentes ignífugos revestidos según la invención también son especialmente apropiados para empleo en revestimientos intumescentes, sobre todo en exteriores y en lugares donde se requiere una alta resistencia al clima.

10

REIVINDICACIONES

1. Agente ignífugo pulverulento revestido, caracterizado por que, en el caso del agente ignífugo, se trata de agentes ignífugos que contienen fósforo y/o que contienen nitrógeno, y como agentes de revestimiento se emplean silazanos y/o mezclas de silazano-organosiloxano, tratándose, en el caso de los silazanos, de silazanos diméricos y/o poliméricos de la Fórmula (1)



siendo R', R'' y R''' iguales o diferentes y representando, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alquilo arilo, vinilo o (trialcoxisilil)alquilo, en caso dado sustituido, tratándose en el caso de n de un número entero, y estando dimensionado n de modo que el silazano presente un peso molecular promedio en número de 70 a 150.000 g/mol, y/o tratándose, en el caso de los silazanos, de aquellos de la Fórmula (2)



representando R', R'', R''', R*, R** y R***, independientemente entre sí, hidrógeno o un resto alquilo arilo, vinilo o (trialcoxisilil)alquilo, en caso dado sustituido, y estando dimensionados n y p de modo que el silazano presente un peso molecular promedio en número de 150 a 150.000 g/mol.

2. Agente ignífugo pulverulento revestido según la reivindicación 1, caracterizado por que, en el caso de los agentes ignífugos que contienen fósforo y/o que contienen nitrógeno, se trata de ortofosfato amónico, difosfato amónico, polifosfato amónico, fosfato de melamina, ortofosfato de melamina, difosfato de melamina, polifosfato de melamina, pirofosfato de melamina, borato de melamina, cianurato de melamina, borofosfato de melamina, 1.X-ftalato de melamina y/u oxalato de melamina; de melem, melam, melón, polifosfato de melam, polifosfato de melem y/o polifosfato de melón.

3. Agente ignífugo pulverulento revestido según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que, en el caso de los agentes ignífugos que contienen fósforo y/o que contienen nitrógeno, se trata de difosfato amónico y/o polifosfato amónico.

4. Agente ignífugo pulverulento revestido según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que, en el silazano de la Fórmula (1) y/o Fórmula (2), R', R'', R''', R*, R** y R***, independientemente entre sí, representan un resto del grupo hidrógeno, metilo, etilo, propilo, iso-propilo, butilo, iso-butilo, terc-butilo, fenilo, vinilo o 3-(trietoxisilil)propilo, 3-(trimetoxisilil)propilo.

5. Agente ignífugo pulverulento revestido según la reivindicación 4, caracterizado por que, en el silazano de la Fórmula (2)

- R', R'' y R*** representan hidrógeno, y R'', R* y R** representan metilo y/o vinilo, o

- R' y R''' representan hidrógeno, R'', R* y R** representan metilo, y R*** representa (trialcoxisilil)propilo, o

- R', R'', R* y R*** representan hidrógeno, y R'' y R** representan metilo.

6. Agente ignífugo pulverulento revestido según la reivindicación 1, caracterizado por que, en el caso del organosiloxano de las mezclas de silazano-organosiloxano, se trata de alcoxisiloxanos y/o alcoxisiloxanos oligoméricos que contienen grupos alquilo, alcoxi, aminoalquilo, arilo y/o vinilo, lineales, ramificados, funcionalizados y/o cíclicos.

7. Agente ignífugo pulverulento revestido según la reivindicación 1, caracterizado por que, en el caso del organosiloxano, se trata de 3-aminopropiltrialcoxisilano, 3-aminopropilmetildialcoxisilano, 3-glicidiloxipropiltrialcoxisilano, 3-acriloxipropiltrialcoxisilano, 3-metacriloxipropiltrialcoxisilano, viniltrialcoxisilano, viniltris(2-metoxietoxi)silano, propiltrialcoxisilano, butiltrialcoxisilano, pentiltrialcoxisilano, hexiltrialcoxisilano, heptiltrialcoxisilano, octiltrialcoxisilano, propilmetildialcoxisilano, butilmetildialcoxisilano y/o feniltrialcoxisilano, fenilmetildialcoxisilano y/o alcoxisiloxanos oligoméricos vinilfuncionales, arilfuncionales y/o alquilfuncionales.

8. Agente ignífugo pulverulento revestido según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que se aplican 1 a 50 partes en peso de silazano, o de una mezcla de silazano y organosiloxano, sobre 100 partes en peso de agente ignífugo.

9. Procedimiento para la producción de un agente ignífugo pulverulento revestido según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que los silazanos y/o las mezclas de silazano-organosiloxano se aplican directamente o en forma de una disolución sobre el agente ignífugo pulverulento.

10. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que los silazanos y/o las mezclas de silazano-organosiloxano se aplican mediante pulverización, atomización, goteo o vertido sobre el agente ignífugo pulverulento, mantenido en movimiento mediante mezcladores, amasadores, agitadores o gas.

ES 2 731 224 T3

- 11.** Procedimiento según la reivindicación 8 o 9, caracterizado por que el agente ignífugo pulverulento está temperado previamente a una temperatura de 10 a 200°C.
- 12.** Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado por que a continuación se endurece durante 5 min a 24 h a temperaturas de 10 a 200°C.
- 5 **13.** Procedimiento para la producción de un agente ignífugo pulverulento revestido según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que el agente ignífugo se suspende en un disolvente y se calienta con los silazanos y/o las mezclas de silazano-organosiloxanos durante 5 min a 24 h bajo agitación a 10 hasta 200°C.
- 14.** Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado por que a continuación se endurece durante 5 min a 24 h a temperaturas de 10 a 200°C.
- 10 **15.** Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 9 a 14, caracterizado por que la proporción ponderal de silazano respecto a organosiloxano asciende a 100 : 0 hasta 1 : 99.
- 16.** Procedimiento según una de las reivindicaciones 9 a 15, caracterizado por que la proporción ponderal de silazano respecto a organosiloxano asciende a 75 : 25 hasta 1 : 99.
- 15 **17.** Empleo del agente ignífugo pulverulento revestido según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8 en revestimientos intumescentes, poliolefinas y otros polímeros, así como materiales textiles.