



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 301 920**

51 Int. Cl.:  
**C07F 9/30** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04028906 .8**

86 Fecha de presentación : **07.12.2004**

87 Número de publicación de la solicitud: **1544206**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **22.06.2005**

54 Título: **Utilización de sales de ácidos dialquil-fosfínicos.**

30 Prioridad: **19.12.2003 DE 103 59 814**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.07.2008**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.07.2008**

73 Titular/es: **Clariant Produkte (Deutschland) GmbH**  
**Bruningstrasse 50**  
**65929 Frankfurt am Main, DE**

72 Inventor/es: **Bauer, Harald;**  
**Krause, Werner;**  
**Sicken, Martin y**  
**Weferling, Norbert**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 301 920 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

Utilización de sales de ácidos dialquil-fosfínicos.

El invento se refiere a sales de ácidos dialquil-fosfínicos y a su utilización en composiciones de agentes ignífugantes, así como a masas de moldeo poliméricas ignifugadas y a cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, que contienen estas sales de ácidos dialquil-fosfínicos.

Se conocen sales de ácidos dialquil-fosfínicos y procedimientos para su preparación. Así, en el documento de solicitud de patente internacional WO 99/28327 se describe un procedimiento que, partiendo de sales de metales alcalinos de los ácidos hipofosforosos, conduce en dos etapas a sales de ácidos dialquil-fosfínicos. Éstas contienen unas trazas del disolvente (ácido acético) como impurezas en el producto final, lo que, en el caso de la incorporación prevista en materiales sintéticos, conduce a unos efectos secundarios indeseados. Por lo demás, las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de acuerdo con este estado de la técnica contienen, a causa de la utilización de disolventes orgánicos, en la primera etapa del procedimiento unos productos secundarios telómeros indeseados.

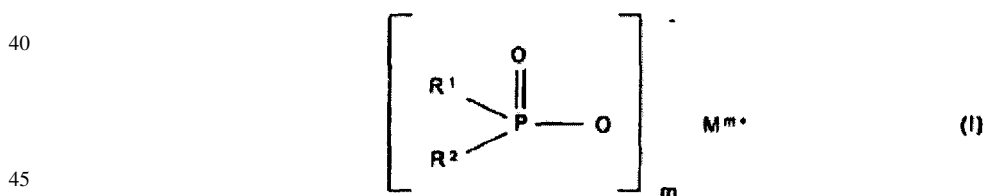
El presente invento está basado, por lo tanto, en la misión de poner a disposición sales de ácidos dialquil-fosfínicos de determinados metales con un contenido especialmente pequeño de disolvente restante, en particular de ácido acético y de productos telómeros.

Sorprendentemente, se encontró que las sales de ácidos dialquil-fosfínicos que tienen un contenido especialmente pequeño de disolvente restante (ácido acético) y de productos telómeros, producen un daño especialmente pequeño para el material sintético circundante (en particular una degradación del polímero), cuando ellas son incorporadas en materiales sintéticos.

El daño para el material sintético circundante se ha de valorar con ayuda de la modificación de la viscosidad específica (VE) de soluciones del polímero antes y después de la elaboración. Cuanto más alto sea el valor de la VE, o respectivamente cuanto más próximo esté del valor del polímero no tratado, tanto menor era la degradación del polímero durante la incorporación del agente ignífugante.

El daño para el material sintético circundante se ha de valorar además por medio del índice volumétrico de fusión (en inglés "Melt Volume Index"). En este caso, la viscosidad de una masa fundida polimérica, que contiene la sustancia aditiva en cuestión, se confronta con la viscosidad de una masa fundida no tratada. Cuanto menos disminuya la viscosidad en comparación con una masa fundida no tratada, tanto más favorable es ésta.

El invento se refiere, por lo tanto, a la utilización de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I)



en la que

R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup> son iguales o diferentes y significan alquilo de C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, lineal o ramificado;

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

m significa de 1 a 4;

y cuyo contenido de telómeros es de 0,01 a 6% en peso,

y realizándose que en el caso de los telómeros, se trata de sales del ácido etil-butil-fosfínico, sales del ácido butil-butil-fosfínico, sales del ácido etil-hexil-fosfínico, sales del ácido butil-hexil-fosfínico y/o sales del ácido hexil-hexil-fosfínico, como agente ignífugante.

De manera preferida, M significa aluminio, calcio, titanio, zinc, estaño o zirconio.

De manera especialmente preferida, R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> son iguales o diferentes y significan metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, terc.-butilo, n-pentilo, iso-pentilo, n-hexilo y/o iso-hexilo.

## ES 2 301 920 T3

Sales preferidas de ácidos dialquil-fosfínicos son tris(dietil-fosfinato) de aluminio, tris(metil-etil-fosfinato) de aluminio, bis(dietil-fosfinato) de titanilo, tetraquis(dietil-fosfinato) de titanio, bis(metil-etil-fosfinato) de titanilo, tetraquis(metil-etil-fosfinato) de titanio, bis(dietil-fosfinato) de zinc, bis(metil-etil-fosfinato) de zinc y mezclas de ellas.

5 El invento se refiere también a composiciones de agentes ignifugantes, que contienen por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I).

De manera preferida, la composición de agente ignifugante conforme al invento contiene de 50 a 99,9% en peso de por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I) y de 0,1 a 50% en peso de por lo menos un aditivo.

De manera especialmente preferida, la composición de agente ignifugante conforme al invento contiene de 95 a 70% en peso de por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I) y de 5 a 30% en peso de por lo menos un aditivo.

De manera preferida, los aditivos proceden también del conjunto formado por fosfato de melamina, fosfato de dimelamina, trifosfato de pentamelamina, difosfato de trimelamina, trifosfato de tetraquismelamina, pentafofosfato de hexaquismelamina, difosfato de melamina, tetrafosfato de melamina, pirofosfato de melamina, un polifosfato de melamina, un polifosfato de melam, un polifosfato de melem y/o un polifosfato de melon.

De manera preferida, los aditivos proceden del conjunto formado por los ésteres oligoméricos del isocianurato de tris(hidroxietilo) con ácidos policarboxílicos aromáticos, benzoguanamina, isocianurato de tris(hidroxietilo), alantoína, glicol-urilo, melamina, cianurato de melamina, cianurato de urea, diciandiamida y/o guanidina.

De manera preferida, los aditivos proceden del conjunto formado por los compuestos de zinc tales como óxido de zinc, hidróxido de zinc, hidrato de óxido de zinc, carbonato de zinc, estannato de zinc, hidroxí-estannato de zinc, silicato de zinc, fosfato de zinc, borato de zinc y/o molibdato de zinc.

De manera preferida, los aditivos proceden finalmente también del conjunto formado por las carbodiimidas y/o los (poli)isocianatos, tales como carbonil-bis-(caprolactama) y/o polímeros de estireno y compuestos acrílicos.

El invento se refiere también a una masa de moldeo polimérica ignifugada, que contiene por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I) o por lo menos una composición de agente ignifugante conforme al invento.

De manera preferida, la masa de moldeo polimérica ignifugada contiene

de 1 a 50% en peso de por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I) o de por lo menos una composición de agente ignifugante conforme al invento,

de 1 a 99% en peso de un polímero o de mezclas de polímeros,

de 0 a 60% en peso de aditivos y

de 0 a 60% en peso de un material de carga.

De manera preferida, los polímeros proceden del conjunto formado por los polímeros termoplásticos tales como un poliéster, un poliestireno o una poliamida y/o los polímeros termoestables (también conocidos como duroplásticos).

De manera preferida, la humedad residual de la masa de moldeo polimérica ignifugada es de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,1 a 1% en peso.

El invento se refiere también a un procedimiento para la producción de masas de moldeo poliméricas ignifugadas, que esta caracterizado porque las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) y/o las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento se mezclan con el granulado polimérico y eventualmente con aditivos en un mezclador, y se homogeneizan en un equipo de composición a unas temperaturas elevadas en la masa fundida polimérica, y a continuación el cordón polimérico homogeneizado se retira, se enfría y se reparte en porciones.

El invento se refiere también a la utilización de las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) y/o de las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento en cuerpos moldeados poliméricos ignifugados.

Preferiblemente, los cuerpos moldeados, las películas, los hilos y las fibras poliméricos/as ignifugados/as contienen

de 1 a 50% en peso de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) y/o de composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento,

## ES 2 301 920 T3

de 1 a 99% en peso de polímeros o mezclas de polímeros,

de 0 a 60% en peso de aditivos y

5 de 0 a 60% en peso de un material de carga.

10 El invento se refiere finalmente también a un procedimiento para la producción de cuerpos moldeados poliméricos ignifugados, caracterizado porque las masas de moldeo poliméricas ignifugadas conformes al invento se elaboran mediante moldeo por inyección y prensado, moldeo por inyección de espuma, moldeo por inyección con presión interna de gas, moldeo por soplado, moldeo por colada de láminas, calandrado, estratificación o revestimiento a temperaturas elevadas, para dar el cuerpo moldeado polimérico ignifugado.

15 De manera preferida, el contenido de telómeros es de 0,1 a 5% en peso.

De manera especialmente preferida, el contenido de telómeros es de 0,2 a 2,5% en peso.

20 De manera preferida, en el caso de los telómeros se trata de los que pertenecen al conjunto formado por sales de ácidos (alquil de C<sub>2</sub>)-(alquil de C<sub>4</sub>)-fosfínicos, sales de ácidos (alquil de C<sub>4</sub>)-(alquil de C<sub>4</sub>)-fosfínicos, sales de ácidos (alquil de C<sub>2</sub>)-(alquil de C<sub>6</sub>)-fosfínicos, sales de ácidos (alquil de C<sub>4</sub>)-(alquil de C<sub>6</sub>)-fosfínicos, sales de ácidos (alquil de C<sub>6</sub>)-(alquil de C<sub>6</sub>)-fosfínicos.

25 De manera preferida, la humedad residual de las sales de ácidos dialquil-fosfínicos conformes al invento es de 0,01 a 10% en peso, preferiblemente de 0,1 a 1% en peso.

De manera preferida, el tamaño medio de partículas de las sales de ácidos dialquil-fosfínicos conformes al invento es de 0,1 a 1.000  $\mu\text{m}$ , de manera especialmente preferida de 50 a 500  $\mu\text{m}$  y en particular de 10 a 100  $\mu\text{m}$ .

30 Las sales de ácidos dialquil-fosfínicos conformes al invento tienen una densidad aparente (a granel) preferida de 80 a 800 g/l, de manera especialmente preferida de 200 a 700 g/l.

De manera preferida, el tamaño medio de partículas de la composición de agente ignifugante es de 0,1 a 3.000  $\mu\text{m}$ , de manera preferida de 0,1 a 1.000  $\mu\text{m}$  y en particular de 1 a 100  $\mu\text{m}$ .

35 De manera preferida, la masa de moldeo polimérica ignifugada contiene de 5 a 30% en peso de por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I) o de por lo menos una composición de agente ignifugante conforme al invento,

40 de 5 a 90% en peso de polímeros o mezclas de polímeros

de 5 a 40% en peso de aditivos y

45 de 5 a 40% en peso de un material de carga.

50 De manera preferida, la masa de moldeo polimérica tiene una forma cilíndrica con una superficie de base circular, elíptica o irregular, una forma esférica, una forma de almohada, una forma cúbica, una forma paralelepípedica o una forma prismática.

De manera preferida, en el caso de la forma cilíndrica la relación de la longitud al diámetro es de 1 a 50 hasta 50 a 1, de manera preferida de 1 a 5 hasta 5 a 1.

55 De manera preferida, el equipo de composición procede del conjunto formado por extrusoras de un solo árbol, husillos de múltiples zonas o extrusoras de dos husillos.

De manera preferida, las temperaturas de elaboración,

60 en el caso de un poliestireno, son de 170 a 200°C,

en el caso de un polipropileno, son de 200 a 300°C,

65 en el caso de un poli(tereftalato de etileno) (PET) son de 250 a 290°C,

en el caso de un poli(tereftalato de butileno) (PBT) son de 230 a 270°C,

en el caso de una poliamida 6 (PA 6) son de 260 a 290°C,

## ES 2 301 920 T3

en el caso de una poliamida 6.6 (PA 6.6) son de 260 a 290°C, y

en el caso de un policarbonato, son de 280 a 320°C.

De manera preferida, las longitudes eficaces (L) de los husillos de la extrusora (del equipo de composición), expresadas en múltiplos de los diámetros (D) de los husillos, son de 4 a 200 D, de manera preferida de 10 a 50 D.

El invento se refiere también a cuerpos moldeados, películas, hilos y fibras poliméricos/as, ignifugados/as, que contienen las sales de ácidos dialquil-fosfínicos conformes al invento y/o las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento.

De manera especialmente preferida, los cuerpos moldeados, la películas, los hilos y las fibras poliméricos/as, ignifugados/as, contienen

de 5 a 30% en peso de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) y/o de composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento,

de 5 a 90% en peso de polímeros o mezclas de polímeros,

de 5 a 40% en peso de aditivos y

de 5 a 40% en peso de un material de carga.

De manera preferida, en el caso de este procedimiento las temperaturas de elaboración,

en el caso de un poliestireno, son de 200 a 250°C,

en el caso de un polipropileno, son de 200 a 300°C,

en el caso de un poli(tereftalato de etileno) (PET), son de 250 a 290°C,

en el caso de un poli(tereftalato de butileno) (PBT) son de 230 a 270°C,

en el caso de una poliamida 6 (PA 6), son de 260 a 290°C,

en el caso de una poliamida 6.6 (PA 6.6), son de 260 a 290°C,

en el caso de un policarbonato son de 280 a 320°C.

Por bases nitrogenadas protonadas se entienden preferiblemente las bases protonadas de amoníaco, melamina, trietanolamina, en particular de  $\text{NH}_4^+$ . Asimismo, pertenecen a ellas las bases protonadas de melamina, urea, biuret, guanidina, dodecil-guanidina, biuret, alantoína, acetoguanamina, benzoguanamina, tolil-triazol, benzotriazol, 2-amino-4-metil-pirimidina, bencil-urea, melamina, acetilén-urea, hidantoína, amidina de amida de ácido malónico, dimetil-urea, difenil-guanidina, 5,5-difenil-hidantoína, N,N'-difenil-urea, etilén-bis-5-triazona, anhídrido de glicina, tetrametil-urea, productos de condensación de la melamina, p.ej. melem, melam o melon, o respectivamente compuestos de este tipo, condensados en un mayor grado.

Las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) tienen un contenido preferido de grupos extremos de agentes iniciadores de 0,0001 a 10% en moles, de manera especialmente preferida de 0,001 a 1% en moles. Los grupos extremos de agentes iniciadores pueden, en el caso de una interrupción de la cadena por radicales, pertenecer a la última molécula de la cadena de un radical.

Las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) tienen unos valores de color - L preferidos de 85 a 99,9, de manera especialmente preferida de 90 a 98.

Las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) tienen unos valores de color - a preferidos de -4 a +9, de manera especialmente preferida de -2 a +6,

Las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) tienen unos valores de color - b preferidos de -2 a +6, de manera especialmente preferida de -1 a +3.

Los valores de color se indican en el sistema según Hunter (sistema CIE-LAB, de la Commission Internationale d'Eclairage). Los valores - L van de 0 (negro) hasta 100 (blanco), los valores - a van desde -a (verde) hasta +a (rojo) y los valores - b van desde -b (azul) hasta +b (amarillo).

La utilización preferida conforme al invento para las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) es como un agente ignifugante propiamente dicho y/o en composiciones de agentes ignifugantes. Para esto, ellas se emplean preferiblemente en común con otros aditivos.

Otros aditivos preferidos en tales composiciones de agentes ignifugantes son p.ej. compuestos sinérgicos (sinergistas), tales como los que se describen en los documentos de solicitudes de patentes alemanas DE-A-28.27.867, DE-A-199.33.901, DE-A-196.14.424 o DE-A-197.34.437.

Conforme al invento, como compuestos sinérgicos se prefieren fosfato de melamina (p.ej. <sup>®</sup>Melapur MP de la entidad Ciba-DSM Melapur), fosfato de dimelamina, trifosfato de pentamelamina, difosfato de trimelamina, trifosfato de tetraquismelamina, pentafofosfato de hexaquismelamina, difosfato de melamina, tetrafosfato de melamina, pirofosfato de melamina (p.ej. <sup>®</sup>Budit 311 de la entidad Budenheim, <sup>®</sup>MPP-B de la entidad Sanwa Chemicals), polifosfatos de melamina, polifosfatos de melam, polifosfatos de melem y/o polifosfatos de melon. Se prefieren especialmente los polifosfatos de melamina tales como <sup>®</sup>Melapur 200/70 de la entidad Ciba-DSM Melapur, <sup>®</sup>Budit 3141, 3141 CA y 3141 CB y mezclas de un polifosfato de melamina y de pirofosfato de melamina de los tipos 13-1100, 13-1105, 13-1115, MPP02-244 de la entidad Hummel-Croton y PMP-200 de la entidad Nissan.

Además, como compuestos sinérgicos se prefieren productos de condensación de melamina tales como melam, melem y/o melon.

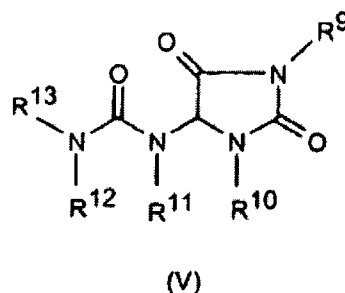
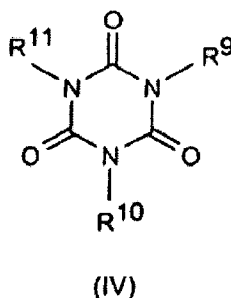
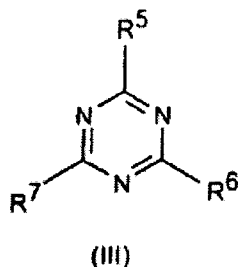
En una forma de realización adicional, como compuestos sinérgicos se prefieren productos de condensación de la melamina o productos de reacción de la melamina con un ácido fosfórico o respectivamente productos de reacción de productos de condensación de la melamina con un ácido fosfórico, así como mezclas de los mencionados productos. Son productos de condensación de la melamina p.ej. melem, melam o melon, o respectivamente compuestos condensados en más alto grado de este tipo, así como mezclas de los mismos y se pueden preparar p.ej. mediante un procedimiento, tal como el que se describe en el documento WO-A-96/16948.

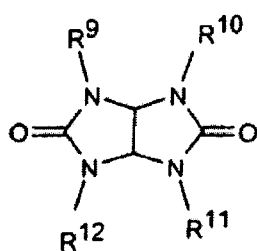
Por los productos de reacción con un ácido fosfórico se entienden los compuestos, que se forman mediante reacción de melamina o de los compuestos condensados de melamina, tales como melam, melem o melon, etc., con un ácido fosfórico. Ejemplos de ellos son un polifosfato de melamina, un polifosfato de melam y un polifosfato de melem o respectivamente polisales mixtas, tal como las que se describen p.ej. en el documento WO 98/39306. Los mencionados compuestos se conocen ya a partir de la bibliografía y se pueden preparar también mediante procedimientos distintos del de la reacción directa con un ácido fosfórico. Un polifosfato de melamina se puede preparar, por ejemplo, de una manera análoga a la del documento WO 98/45364, mediante la reacción de un ácido polifosfórico y de melamina, o respectivamente de una manera análoga a la del documento WO 98/08898, mediante la condensación de fosfato de melamina o respectivamente pirofosfato de melamina.

Conforme al invento, como compuestos sinérgicos se prefieren además ésteres oligoméricos del isocianurato de tris(hidroxietilo) con ácidos policarboxílicos aromáticos, benzoguanamina, isocianurato de tris(hidroxietilo), alantoina, glicol-urilo, melamina, cianurato de melamina (p.ej. <sup>®</sup>Melapur MC ó <sup>®</sup>Melapur MC XL de la entidad Ciba-DSM Melapur), cianurato de urea, diciandiamida y/o guanidina.

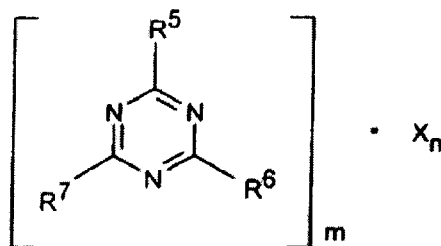
Conforme al invento, como compuestos sinérgicos se prefieren además unos fosfatos nitrogenados de las fórmulas  $(\text{NH}_4)_y\text{H}_{3-y}\text{PO}_4$  o respectivamente  $(\text{NH}_4\text{PO}_3)_z$  con y igual a 1 hasta 3 y z igual a 1 hasta 10.000.

De manera preferida, en el caso de los compuestos nitrogenados se trata de los de las fórmulas (III) hasta (VIII) o de mezclas de éstos

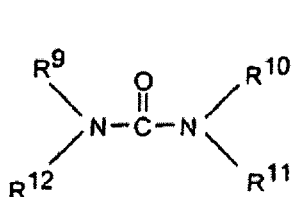




(VI)



(VII)



(VIII)

en las que

$R^5$  hasta  $R^7$  significan hidrógeno, alquilo de  $C_1-C_8$ , cicloalquilo o alquil-cicloalquilo de  $C_5-C_{16}$ , posiblemente sustituido con una función hidroxilo o hidroxilo-alquilo de  $C_1-C_4$ ; alquenilo de  $C_2-C_8$ , alcoxi, acilo, aciloxi de  $C_1-C_8$ , arilo o aril-alquilo de  $C_6-C_{12}$ ,  $-OR^8$  y  $-N(R^8)R^9$ , así como radicales alicíclicos con N y aromáticos con N,

$R^8$  significa hidrógeno, alquilo de  $C_1-C_8$ , cicloalquilo o alquil-cicloalquilo de  $C_5-C_{16}$ , posiblemente sustituido con una función hidroxilo o hidroxilo-alquilo de  $C_1-C_4$ , alquenilo de  $C_2-C_8$ , alcoxi, acilo, aciloxi de  $C_1-C_8$ , arilo o aril-alquilo de  $C_6-C_{12}$ ,

$R^9$  hasta  $R^{13}$  significan los mismos grupos que  $R^8$  así como  $-OR^8$ ,

m y n significan, independientemente uno de otro, 1, 2, 3 ó 4,

X significa ácidos, que pueden formar aductos con compuestos de triazina (III).

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son, p.ej. de acuerdo con el documento EP-A-1.024.167, compuestos oxigenados del silicio, compuestos de magnesio, p.ej. carbonatos metálicos de metales del segundo grupo principal del sistema periódico, fósforo rojo, o bien compuestos de zinc o aluminio.

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son óxidos, hidróxidos, carbonatos, silicatos, boratos, estannatos, óxido-hidróxidos mixtos, óxido-hidróxido-carbonatos, hidróxido-silicatos o hidróxido-boratos, o mezclas de estas sustancias.

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son compuestos de magnesio, p.ej. óxido de magnesio, hidróxido de magnesio, hidrotalcitas, dihidrotalcita, carbonatos de magnesio o carbonatos de magnesio y calcio.

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son compuestos de calcio, tales como p.ej. hidróxido de calcio, óxido de calcio e hidrocalumita.

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son compuestos de zinc, p.ej. óxido de zinc (p.ej. óxido de zinc activo), hidróxido de zinc, hidrato de óxido de zinc, carbonato de zinc (p.ej. carbonato de zinc de carácter básico, carbonato de zinc anhidro), estannato o hidroxio-estannato de zinc, silicato, fosfato o borato de zinc de carácter básico (p.ej. Firebrake ZB, 415, 500 de la entidad Borax), molibdatos de zinc (Kemgard 911B, Kemgard 911C de la entidad Sherwin-Williams Company) o sulfuros de zinc.

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son compuestos de aluminio, p.ej. óxido de aluminio, hidróxido de aluminio, boehmita, gibbsita o fosfato de aluminio.

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son compuestos de manganeso, p.ej. óxido de manganeso o hidróxido de manganeso.

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son compuestos de estaño, p.ej. óxido de estaño.

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento se describen en el documento DE-A-199.20.276 (de la entidad BASF), p.ej. escogidos entre el conjunto formado por las carbodiimidas (p.ej. ®Stabaxol P de la entidad BASF) y/o los (poli)isocianatos (p.ej. ®Basonat HI 100 o ®Vestanat T 1890/100).

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento son la carbonil-bis-(caprolactama) (de la entidad Allinco) o polímeros de estireno y compuestos acrílicos (®Joncryl ADR-4357 de la entidad Johnson).

Otros aditivos preferidos en las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento proceden del conjunto formado por los fenoles impedidos estéricamente (p.ej. Hostanox OSP 1), de las aminas impedidas estéricamente y de los fotoestabilizadores (p.ej. Chimasorb 944, tipos de Hostavin), de los fosfonitos y de los antioxidantes (p.ej. Sandostab® P-EPQ de la entidad Clariant) y de los agentes de separación (de desmoldeo) (tipos de Licomont de la entidad Clariant).

De manera preferida, las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) se emplean en una forma confeccionada en composiciones de agentes ignifugantes. Las formas conformes al invento pueden ser revestidas, reducidas en cuanto a la cantidad de polvo fino, compactadas, granuladas desde masas fundidas, granuladas por goteo, dispersadas o granuladas por atomización.

El tamaño medio de partículas de la composición de agente ignifugante es de 0,1 a 3.000  $\mu\text{m}$ .

En una forma de realización, el tamaño medio de partículas de la composición de agente ignifugante conforme al invento es de 0,1 a 1.000  $\mu\text{m}$ , de manera preferida de 1 a 100  $\mu\text{m}$ .

En otra forma de realización, el tamaño medio de partículas de la composición de agente ignifugante es de 100 a 3.000  $\mu\text{m}$ , de manera preferida de 200 a 2.000  $\mu\text{m}$ .

La densidad aparente preferida de la composición de agente ignifugante conforme al invento es de 80 a 1.500 g/l, de manera especialmente preferida de 200 a 1.000 g/l.

En una forma de realización, la densidad aparente preferida de las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento es de 80 a 800 g/l, de manera especialmente preferida de 200 a 700 g/l.

En otra forma de realización, la densidad aparente preferida de las composiciones de agentes ignifugantes conformes al invento es de 200 a 1.500 g/l, de manera preferida de 300 a 1.000 g/l.

En particular, el invento se refiere a la utilización de las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) en masas de moldeo poliméricas ignifugadas, que contienen un polímero. Los polímeros preferidos conforme al invento son polímeros termoplásticos y/o termoestables.

Polímeros que se pueden emplear conforme al invento son polímeros termoestables y termoplásticos.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de polímeros de mono- y di-olefinas, por ejemplo polímeros de polipropileno, poliisobutileno, poli(buteno-1), poli-(4-metil-penteno-1), poliisopreno o polibutadieno, así como polímeros de cicloolefinas, tales como p.ej. los de ciclopenteno o norborneno; además un polietileno (que puede estar eventualmente reticulado), p.ej. un polietileno de alta densidad (HDPE), un polietileno de alta densidad y de alta masa molecular (HDPE-HMW), un polietileno de alta densidad y de ultra alta masa molar (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 mezclas de éstos.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de copolímeros de mono- y di-olefinas unas con otras o con otros monómeros vinílicos, tales como p.ej. copolímeros de etileno y propileno, un polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) y mezclas del mismo con un polietileno de baja densidad (LDPE), copolímeros de propileno y buteno-1, copolímeros de propileno e isobutileno, copolímeros de etileno y buteno-1, copolímeros de etileno y hexeno, copolímeros de etileno y metil-penteno, copolímeros de etileno y hepteno, copolímeros de etileno y octeno, copolímeros de propileno y butadieno, copolímeros de isobutileno e isopreno, copolímeros de etileno y un acrilato de alquilo, copolímeros de etileno y un metacrilato de alquilo, copolímeros de etileno y acetato de vinilo y sus copolímeros con monóxido de carbono, o copolímeros de etileno y ácido acrílico y sus sales (ionómeros), así como terpolímeros de etileno con propileno y un dieno, tal como hexadieno, dicitlopentadieno o etiliden-norborneno; además mezclas de tales copolímeros unos con otros, p.ej. mezclas de un polipropileno y de copolímeros de etileno y propileno, mezclas de un LDPE y de copolímeros de etileno y acetato de vinilo, mezclas de un LDPE y de copolímeros de etileno y ácido acrílico, mezclas de un LLDPE y de copolímeros de etileno y acetato de vinilo, mezclas de un LLDPE y de copolíme-



## ES 2 301 920 T3

ros de etileno y ácido acrílico, y mezclas de un polialquileno y de copolímeros de monóxido de carbono estructurados de manera alternante o estadística, y sus mezclas con otros polímeros tales como p.ej. poliamidas.

5 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas de hidrocarburos (p.ej. de  $C_3$ - $C_9$ ) inclusive modificaciones hidrogenadas de éstas (p.ej. resinas que confieren pegajosidad) y mezclas de polialquilenos y almidones.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de un poliestireno (poliestireno 143E (de la entidad BASF), de un poli-(p-metil-estireno) o de un poli-(alfa-metil-estireno).

10 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de copolímeros de estireno o de alfa-metil-estireno con dienos o derivados acrílicos, tales como p.ej. los de estireno y butadieno, los de estireno y acrilonitrilo, los de estireno y metacrilatos de alquilo, los de estireno, butadieno y acrilatos y metacrilatos de alquilo, los de estireno y anhídrido de ácido maleico, los de estireno, acrilonitrilo y acrilato de metilo; mezclas de copolímeros de estireno con una alta tenacidad al impacto (resistencia a los golpes) a base de copolímeros de estireno y de otro polímero distinto, tales  
15 como p.ej. de un poliacrilato, de un polímero de un dieno o de un terpolímero de etileno, propileno y un dieno; así como copolímeros de bloques del estireno, tales como p.ej. los de estireno - butadieno - estireno, los de estireno - isopreno - estireno, los de estireno - etileno/butileno - estireno, o los de estireno - etileno/propileno - estireno.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de copolímeros por injerto de estireno o de alfa-metil-estireno, tales como p.ej. los de estireno sobre un polibutadieno, los de estireno sobre copolímeros de polibutadieno y estireno, o copolímeros de polibutadieno y acrilonitrilo, los de estireno y acrilonitrilo (o respectivamente metacrilonitrilo) sobre un polibutadieno; los de estireno, acrilonitrilo y metacrilato de metilo sobre un polibutadieno; los de estireno y anhídrido de ácido maleico sobre un polibutadieno; los de estireno, acrilonitrilo y anhídrido de ácido maleico o imida de ácido maleico sobre un polibutadieno; los de estireno e imida de ácido maleico sobre un polibutadieno,  
25 los de estireno y acrilatos de alquilo o respectivamente metacrilatos de alquilo sobre un polibutadieno, los de estireno y acrilonitrilo sobre terpolímeros de etileno, propileno y un dieno, los de estireno y acrilonitrilo sobre poli(acrilatos de alquilo) o poli(metacrilatos de alquilo), los de estireno y acrilonitrilo sobre copolímeros de acrilatos y butadieno, así como sus mezclas, tales como los que se conocen p.ej. como los denominados polímeros de ABS, MBS, ASA o AES.

30 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros halogenados, tales como p.ej. un policloropreno, un caucho clorado, un copolímero clorado y bromado a base de isobutileno e isopreno (un caucho halobutílico), un polietileno clorado o clorosulfonado, copolímeros de etileno y de etileno clorado, homo- y copolímeros de epíclorhidrina, en particular 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  
35 sus copolímeros, tales como los de cloruro de vinilo y de cloruro de vinilideno, los de cloruro de vinilo y de acetato de vinilo o los de cloruro de vinilideno y de acetato de vinilo.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros, que se derivan de ácidos insaturados en alfa, beta y de sus derivados, tales como poliacrilatos y polimetacrilatos, poli(metacrilatos de metilo), poli(acrilamidas) y poli(acrilonitrilos) que se han modificado con acrilato de butilo para ser resistentes a los golpes, y copolímeros de los mencionados monómeros unos con otros o con otros monómeros insaturados, tales como p.ej. 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.

45 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de unos polímeros, que se derivan de alcoholes y de aminas insaturadas/as o respectivamente de sus derivados acílicos o acetales, tales como un poli(alcohol vinílico), un poli(acetato, estearato, benzoato o maleato de vinilo), un poli(vinil-butiral), un poli(ftalato de alilo), una poli(alil-melamina); así como sus copolímeros con olefinas.

50 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de homo- y copolímeros de éteres cíclicos, tales como poli(alquilen-glicoles), un poli(óxido de etileno), un poli(óxido de propileno) o sus copolímeros con bis-glicidil-éteres.

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

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

60 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poliuretanos, que se derivan de poliéteres, poliésteres y polibutadienos con grupos hidroxilo situados en los extremos, por una parte, y de poliisocianatos alifáticos o aromáticos, por otra parte, así como sus productos precursores.

65 De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poliamidas y copoliamidas, que se derivan de diaminas y ácidos dicarboxílicos y/o de ácidos amino-carboxílicos o de las correspondientes lactamas, tales como una poliamida 2/12, una poliamida 4 (un poli(ácido 4-amino-butírico), Nylon 4, de la entidad DuPont), una poliamida 4/6 (una poli(tetrametilen-amida de ácido adípico), poli(tetrametilen-diamida de ácido adípico), Nylon 4/6, de la entidad Dupont),

## ES 2 301 920 T3

una poliamida 6 (una poli(caprolactama), un poli(ácido 6-amino-hexanoico), Nylon 6, de la entidad Dupont, Akulon K122, de la entidad DSM; Zytel 7301, de la entidad DuPont; Durethan B 29, de la entidad Bayer), una poliamida 6/6 (una poli(N,N'-hexametilen-diamida de ácido adípico), Nylon 6/6, de la entidad Dupont, Zytel 101, de la entidad DuPont; Durethan A30, Durethan AKV, Durethan AM, de la entidad Bayer; Ultramid A3, de la entidad BASF), una poliamida 6/9 (una poli(hexametilen-diamida de ácido nonanodioico), Nylon 6/9 de la entidad DuPont), una poliamida 6/10 (una poli(hexametilen-amida de ácido sebácico), Nylon 6/10 de la entidad DuPont), una poliamida 6/12 (una poli(hexametilen-diamida de ácido dodecanodioico), Nylon 6/12, de la entidad DuPont), una poliamida 6/66 (una poli(hexametilen-amida de ácido adípico-co-caprolactama), Nylon 6/66, de la entidad DuPont), una poliamida 7 (un poli(ácido 7-amino-heptanoico), Nylon 7, de la entidad DuPont), una poliamida 7,7 (una poli(heptametilen-amida de ácido pimélico), Nylon 7,7, Nylon 7, de la entidad DuPont), una poliamida 8 (un poli(ácido 8-amino-octanoico), Nylon 8, de la entidad DuPont), una poliamida 8,8 (una poli(octametilen-amida de ácido subérico), Nylon 8,8, de la entidad DuPont), una poliamida 9 (un poli(ácido 9-amino-nonanoico), Nylon 9, de la entidad DuPont), una poliamida 9,9 (una poli(nonametilen-amida de ácido azelaico), Nylon 9,9, de la entidad DuPont), una poliamida 10 (un poli(ácido 10-amino-decanoico), Nylon 10, de la entidad DuPont), una poliamida 10,9 (una poli(decametilen-amida de ácido azelaico), Nylon 10,9, de la entidad DuPont), una poliamida 10,10 (una poli(decametilen-amida de ácido sebácico), Nylon 10,10, de la entidad DuPont), una poliamida 11 (un poli(ácido 11-amino-undecanoico), Nylon 11, de la entidad DuPont), una poliamida 12 (una poli(lauril-lactama), Nylon 12, de la entidad DuPont, Grillamid L20, de la entidad Ems Chemie), poliamidas aromáticas que parten de m-xileno, una diamina y ácido adípico; poliamidas, preparadas a partir de hexametilen-diamina y de los ácidos iso- y/o tere-ftálico (una poli(hexametilen-isoftalamida), una poli(hexametilen-tereftalamida) y eventualmente un elastómero como agente modificador, p.ej. una poli(2,4,4-trimetil-hexametilen-tereftalamida) o una poli(m-fenilen-isoftalamida).

Copolímeros de bloques de las poliamidas precedentemente mencionadas con poliolefinas, copolímeros de olefinas, ionómeros o elastómeros combinados químicamente o injertados; o con poliéteres, tales como p.ej. con un poli(etilen-glicol), un poli(propilen-glicol) o un poli(tetrametilen-glicol). Además, poliamidas o copoliamidas modificadas con un EPDM o un ABS; así como poliamidas condensadas durante la elaboración ("sistemas de poliamidas para RIM").

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de poliureas, poliimidas, poli(amida-imidas), poli(éter-imidas), poli(éster-imidas), poli(hidantoínas) y poli-(bencimidazoles).

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de 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 2500, Celanex 2002, de la entidad Celanese; Ultradur, de la entidad BASF), un poli(tereftalato de 1,4-dimetilol-ciclohexano), poli(hidroxi-benzoatos), así como poli(éter-ésteres) de bloques, que se derivan de poliéteres con grupos hidroxilo situados en los extremos; además poliésteres modificados con policarbonatos o con un MBS.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de policarbonatos y poli(éster-carbonatos).

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de polisulfonas, poli(éter-sulfonas) y poli(éter-cetonas).

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de polímeros reticulados, que se derivan de aldehídos, por una parte, y de fenoles, urea o melamina, por otra parte, tales como resinas de fenol y formaldehído, de urea y formaldehído y de melamina y formaldehído.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas alquídicas secantes y no secantes.

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

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas acrílicas reticulables, que se derivan de ésteres sustituidos de ácido acrílico, tal como p.ej. epoxi-acrilatos, uretano-acrilatos o poliéster-acrilatos.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas alquídicas, resinas de poliésteres y resinas de acrilatos, que están reticuladas con resinas de melamina, resinas de urea, isocianatos, isocianuratos, poliisocianatos o resinas epoxídicas.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de resinas epoxídicas reticuladas, que se derivan de compuestos glicídicos alifáticos, cicloalifáticos, heterocíclicos o aromáticos, p.ej. productos de bisfenol-A-diglicidil-éteres, de bisfenol-F-diglicidil-éteres, que se reticulan por medio de agentes endurecedores usuales, tales como p.ej. anhídridos o aminas con o sin agentes aceleradores.

De manera preferida, en el caso de los polímeros se trata de mezclas preparadas (en inglés polyblends) de los polímeros antes mencionados, tales como p.ej. las de un PP y un EPDM, las de una poliamida y un EPDM o ABS, las de un PVC y un EVA, las de un PVC y un ABS, las de un PVC y un MBS, las de un PC y un ABS, las de un PBTP y

## ES 2 301 920 T3

un ABS, las de un PC y un ASA, las de un PC y un PBT, las de un PVC y un CPE, las de un PVC y un acrilato, las de un POM y un PUR termoplástico, las de un PC y un PUR termoplástico, las de un POM y un acrilato, las de un POM y un MBS, las de un PPO y un HIPS, las de un PPO y una PA 6.6 y sus copolímeros, las de una PA y un HDPE, las de una PA y un PP, las de una PA y un PPO, las de un PBT, un PC y un ABS o las de un PBT, un PET y un PC.

5

Unos equipos de composición que se pueden emplear conforme al invento son extrusoras de un solo árbol o respectivamente extrusoras de un solo husillo, p.ej. de la entidad Berstorff GmbH, de Hannover (Alemania), y/o de la entidad Leistritz, de Nuremberg (Alemania).

10 Unos equipos de composición que se pueden emplear conforme al invento son extrusoras de husillos de múltiples zonas con husillos de tres zonas y/o husillos de compresión cortos.

Unos equipos de composición que se pueden emplear conforme al invento son también unas co-amasadoras p.ej. de la entidad Coperion Buss Compounding Systems, Pratteln (Suiza), p.ej. la MDK/E46-11D y/o una amasadora de laboratorio (MDK 46 de la entidad Buss, Suiza, con L = 11 D).

15

Unos equipos de composición que se pueden emplear conforme al invento son extrusoras de dos husillos p.ej. de la entidad Coperion Werner & Pfleiderer GmbH & Co. KG, de Stuttgart (Alemania) (ZSK 25, ZSK 30, ZSK 40, ZSK 58, ZSK MEGAcompounder 40, 50, 58, 70, 92, 119, 177, 250, 320, 350, 380) y/o de la entidad Berstorff GmbH, de Hannover, y de la entidad Leistritz Extrusionstechnik GmbH, de Nuremberg.

20

Unos equipos de composición que se pueden emplear conforme al invento son extrusoras anulares, p.ej. de la entidad 3+Extruder GmbH, de Laufen con un anillo de tres a doce husillos pequeños, que giran alrededor de un núcleo estático y/o una extrusora de rodillos planetarios p.ej. de la entidad Entex, de Bochum (Alemania) y/o extrusoras con desgaseificación y/o extrusoras de cascada y/o husillos de Maillefer.

25

Unos equipos de composición que se pueden emplear conforme al invento son formuladores con dos husillos que giran en sentidos opuestos p.ej. de los tipos Compex 37 o respectivamente 70 de la entidad Krauss-Maffei Berstorff.

30 Unas longitudes eficaces de los husillos conformes al invento en el caso de las extrusoras de un sólo árbol o respectivamente de las extrusoras de un solo husillo son de 20 hasta 40 D.

Unas longitudes (L) eficaces del husillo conforme al invento en el caso de las extrusoras de husillos de múltiples zonas son p.ej. de 25 D, con una zona de entrada (L = 10 D), una zona de transición (L = 60 D) y una zona de expulsión (L = 90 D).

35

Unas longitudes eficaces de los husillos conforme al invento en el caso de las extrusoras de dos husillos son de 8 hasta 48 D.

40 La masa de moldeo polimérica ignifugada se presenta preferiblemente en una forma granulada (una composición). El granulado tiene preferiblemente una forma cilíndrica con una superficie de base circular, elíptica o irregular, una forma esférica, una forma de almohada, una forma cúbica, una forma paralelepípedica o una forma prismática.

La relación de la longitud al diámetro del granulado es de 1 a 50 hasta 50 a 1, de manera preferida de 1 a 5 hasta 5 a 1.

45

El granulado tiene de manera preferida un diámetro de 0,5 a 15 mm, de manera especialmente preferida de 2 a 3 mm, y de manera preferida una longitud de 0,5 a 15 mm, de manera especialmente preferida de 2 a 5 mm. El granulado obtenido se seca p.ej. durante 10 h a 90°C en un horno de aire circulante.

50

Conforme al invento, los números de VE de las masas de moldeo poliméricas ignifugadas conforme al invento sobre la base de un poli(tereftalato de butileno) son de 800 a 1.400, de manera preferida de 900 a 1.300 y de manera especialmente preferida de 1.000 a 1.200.

55 Conforme al invento los índices volumétricos de fusión de las masas de moldeo poliméricas ignifugadas conforme al invento sobre la base de una poliamida son de 0 a 15, de manera especialmente preferida de 3 a 12.

Las masas de moldeo poliméricas ignifugadas conformes al invento se utilizan ulteriormente conforme al invento para la producción de cuerpos moldeados poliméricos.

60

Las masas de moldeo poliméricas ignifugadas conforme al invento se adecuan para la producción de fibras, láminas y cuerpos moldeados, en particular para aplicaciones en los sectores eléctrico y electrónico.

Conforme al invento, se prefiere la utilización de los cuerpos moldeados poliméricos ignifugados de acuerdo con el invento como piezas de lámparas tales como portalámparas y soportes de lámparas, enchufes y regletas de enchufes, cuerpos de bobinas, alojamientos para condensadores o contactores así como conmutadores de seguridad, alojamientos de relevadores y reflectores.

65

## ES 2 301 920 T3

### *Índice volumétrico de fusión*

La capacidad de fluencia de las masas de moldeo se determinó mediante determinación del índice volumétrico de fusión (MVR) a 275°C/2,16 kg. Un fuerte aumento del valor del MVR apunta a una degradación del polímero.

### *Determinación del número de VE (viscosidad específica)*

Un número adimensional de este tipo para la valoración de la compatibilidad de un aditivo en una formulación polimérica es la viscosidad específica (valor de VE). Éste se deduce a partir de la determinación de la viscosidad de una solución del polímero en un disolvente. En este caso, se pone en relación la viscosidad de la solución polimérica con la viscosidad del disolvente puro.

0,5 g de la muestra polimérica (p.ej. de un PBT) se pesaron con 50 ml de ácido dicloroacético (disolvente) en un matraz Erlenmeyer con una capacidad de 250 ml, provisto de un tapón esmerilado. La muestra se disolvió mediando agitación a 25°C durante un período de tiempo de 16 h. La solución se filtra a través de una frita (cuerpo sinterizado) de vidrio G1. 20 ml de la solución se rellenan en los capilares, se colgaron en un viscosímetro capilar (de Ubbelohde) y se atemperaron a 25°C. El valor de VE se calcula según la fórmula:

$$\text{valor VE} = 100 \cdot [\text{período de tiempo de paso (de la solución de muestra)} / \text{período de tiempo de paso (del disolvente)} - 1].$$

En lugar de ácido dicloroacético, para un poli(tereftalato de etileno) y un poli(tereftalato de butileno) se puede emplear también una mezcla de fenol y de 1,2-dicloro-benceno (1:1, p/p) o m-cresol. Para una poliamida se pueden utilizar ácido sulfúrico, ácido fórmico o m-cresol.

### *Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos*

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

Después de una desecación suficiente, 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 a 270°C (PBT-GV) o respectivamente de 260 a 290°C (PA 66-GV) para dar unas probetas de ensayo.

Con unas probetas de ensayo de cada mezcla se determinaron las clases de incendio según la norma UL 94 (de la entidad Underwriter Laboratories) en probetas de muestra con un espesor de 1,5 mm.

Según la norma UL 94 resultaron las siguientes clases de incendio:

V-0 ninguna combustión posterior que dure más de 10 segundos (s), la suma de los períodos de tiempo de combustión posterior en 10 tratamientos con llamas no es mayor que 50 s, ningún goteo incandescente, ninguna combustión total de la muestra, ninguna calcinación posterior de las muestras que dure más de 30 s después del final de un tratamiento con llamas.

V-1 ninguna combustión posterior que dure más de 30 s después del final de un tratamiento con llamas, la suma de los períodos de tiempo de calcinación posterior en 10 tratamientos con llamas no es mayor que 250 s, ninguna calcinación posterior de las muestras que dure más de 60 s después del final de un tratamiento con llamas, los demás criterios son tal como en el caso de V-0.

V-2 inflamación de la guata debida a un goteo incandescente, los otros criterios son tal como en el caso de V-1.

no clasificable (ncl), no cumple la clase de incendio V-2.

El invento es explicado más detalladamente mediante los siguientes Ejemplos.

### *Ejemplo 1 de comparación*

Primeramente se prepara una sal de aluminio de un ácido dialquil-fosfínico. Para esto se disolvieron 2,2 kg (20,7 moles) de hipofosfito de sodio 1-hidrato en 8 kg (7,62 l) de ácido acético y se dispusieron previamente en un reactor a presión de doble envoltura con una capacidad de 16 l a base de acero y esmalte. Después de haber calentado la

## ES 2 301 920 T3

mezcla de reacción a 85°C, a través de una válvula reductora ajustada a 5 bares se introdujo etileno hasta la saturación en el reactor. La reacción se inició mediando agitación constante por adición dosificada de una solución de 56 g (1% en moles) del dihidrocloruro de 2,2'-azo-bis(2-amidino-propano) en 250 ml de agua y se controló a través de la velocidad de dosificación del agente iniciador de radicales, de tal manera que la temperatura de la reacción en el reactor, con una temperatura de la envoltura de 80°C, mediando aportación constante de etileno a una presión media de aproximadamente 5 bares, no subiese por encima de 95°C. El período de tiempo de dosificación fue en total de 3 horas. Después de esto, se dejó reaccionar posteriormente todavía durante 3 h a 85°C. El reactor se descomprimió y se enfrió a la temperatura ambiente. El pesaje final total fue de 11,7 kg. Esto corresponde a una absorción de etileno de 1,2 kg (100% del rendimiento teórico).

800 g de la mezcla obtenida, predominantemente a base de la sal de Na del ácido dietil-fosfínico, se disolvieron en 2.500 ml de ácido acético y a continuación se añadieron 38 g (0,48 moles) de hidróxido de aluminio. Luego se calentó a reflujo durante aproximadamente 4 horas, se enfrió y se separó por filtración. El material sólido obtenido se lavó en primer lugar con 1 litro de ácido acético glacial, luego con 1 litro de agua destilada y finalmente con 500 ml de acetona, y luego se secó a 130°C en vacío.

El producto tiene la siguiente composición:

sal de Al del ácido dietil-fosfínico: 87,2% en moles

sal de Al del ácido etil-butil-fosfínico: 11,9% en moles

sal de Al del ácido etil-fosfónico: 0,9% en moles

acetato restante: 0,88%

### Ejemplo 2 de comparación

Primeramente se prepara una sal de aluminio de un ácido dialquil-fosfínico. Para esto se dispuso previamente una mezcla de 2,64 kg (20 moles) de una solución acuosa al 50% de ácido hipofosforoso y de 7 kg de ácido acético en un reactor a presión de doble envoltura con una capacidad de 16 l a base de acero y esmalte. Después de haber calentado la mezcla de reacción a 100°C, a través de una válvula reductora ajustada a 5 bares, se introdujo etileno hasta la saturación en el reactor. Durante un período de tiempo de 6 h, mediando agitación constante, con una presión de etileno de 5 bares y a una temperatura de 100-105°C, se añadió dosificadamente de manera uniforme una solución de 56 g del dihidrocloruro de 2,2'-azo-bis(N,N'-dimetilen-isobutiramidina) en 500 g de ácido acético. Después de un período de tiempo de reacción posterior de 1 h, de una descompresión del reactor y de un enfriamiento a la temperatura ambiente, la solución obtenida se liberó ampliamente del disolvente ácido acético en un evaporador rotatorio y a continuación se mezcló con 10 l de agua. En el transcurso de una hora se añadieron 4.500 g (3,5 moles) de una solución acuosa al 46% de  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14 \text{H}_2\text{O}$ . A continuación, el material sólido obtenido se separó por filtración, se lavó consecutivamente 2 veces, cada vez con 2 l de agua y se secó a 130°C en vacío.

El producto tiene la siguiente composición:

sal de Al del ácido dietil-fosfínico: 90,8% en moles

sal de Al del ácido etil-butil-fosfínico: 8,4% en moles

sal de Al del ácido etil-fosfónico: 0,8% en moles

acetato restante: 0,88%

### Ejemplo 3

Primeramente se prepara una sal de aluminio de un ácido dialquil-fosfínico. Para esto se disolvieron 1.500 g (14 moles) de hipofosfito de sodio monohidrato en 7,5 kg de agua y se dispusieron previamente en un reactor a presión de doble envoltura con una capacidad de 16 l a base de acero y esmalte. Después de haber calentado la mezcla de reacción a 100°C, a través de una válvula reductora ajustada a 6 bares se introdujo etileno hasta la saturación en el reactor. Durante un período de tiempo de 6 h, mediando agitación constante con una presión de etileno de 6 bares y a una temperatura de 100-110°C, se añadió dosificadamente de manera uniforme una solución de 17 g (0,5% en moles) de peroxodisulfato de sodio en 300 g de agua. Después de un período de tiempo de reacción posterior de 1 h, de una descompresión del reactor y de un enfriamiento a aproximadamente 90°C, en el transcurso de 60 min se añadieron 3.000 g (4,67 moles de aluminio) de una solución acuosa al 46% de  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14 \text{H}_2\text{O}$ . A continuación, el material sólido obtenido se separó por filtración, se lavó con 2 l de agua caliente y se secó a 130°C en vacío.

## ES 2 301 920 T3

El producto tiene la siguiente composición:

sal de Al del ácido dietil-fosfínico: 98,6% en moles

sal de Al del ácido etil-butil-fosfínico: 0,9% en moles

sal de Al del ácido etil-fosfónico: 0,5% en moles

acetato restante: 0%

### Ejemplo 4

Como en el Ejemplo 3, primeramente se prepara una sal de aluminio de un ácido dialquil-fosfínico. El producto tiene la siguiente composición:

sal de Al del ácido dietil-fosfínico: 96,5% en moles

sal de Al del ácido etil-butil-fosfínico: 2,7% en moles

sal de Al del ácido etil-fosfónico: 0,8% en moles

acetato restante: 0%

### Ejemplo 5

Primeramente se prepara una sal de aluminio de un ácido dialquil-fosfínico. Para esto se disolvieron 1.500 g (14 moles) de hipofosfito de sodio monohidrato en 7,5 kg de agua y se dispusieron previamente en un reactor a presión de doble envoltura con una capacidad de 16 l a base de acero y esmalte. Después de haber calentado la mezcla de reacción a 100°C, a través de una válvula reductora ajustada a 6 bares se introdujo etileno hasta la saturación en el reactor. Durante un período de tiempo de 6 h, mediando agitación constante con una presión de etileno de 20 bares y a una temperatura de 100-110°C, se añadió dosificadamente de manera uniforme una solución de 32 g (1% en moles) de peroxodisulfato de amonio en 300 g de agua. Después de un período de tiempo de reacción posterior de 1 h, de una descompresión del reactor y de un enfriamiento a aproximadamente 90°C, en el transcurso de 60 min se añadieron 3.000 g (4,67 moles de aluminio) de una solución acuosa al 46% de  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14 \text{H}_2\text{O}$ . A continuación, el material sólido obtenido se separó por filtración, se lavó con 2 l de agua caliente y se secó a 130°C en vacío.

El producto tiene la siguiente composición:

sal de Al del ácido dietil-fosfínico: 93,9% en moles

sal de Al del ácido etil-butil-fosfínico: 5,5% en moles

sal de Al del ácido etil-fosfónico: 0,6% en moles

acetato restante: 0%

### Ejemplo 6

De acuerdo con la prescripción general "Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos" se formula una mezcla de 100% en peso de un poli(tereftalato de butileno) 1 en una extrusora de dos husillos a 230 hasta 260°C para dar una masa de moldeo polimérica. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270°C para dar cuerpos moldeados poliméricos. Se determina un número de viscosidad de 1.072. La probeta no es clasificable según la norma UL-94.

### Ejemplo 7

De acuerdo con la prescripción general "Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos" se formula una mezcla de 25% en peso del producto del Ejemplo 1 y de 75% en peso de un poli(tereftalato de butileno) 1 en una extrusora de dos husillos a 230 hasta 260°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas

## ES 2 301 920 T3

de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un número de viscosidad de 719. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-2.

### Ejemplo 8

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 25% en peso del producto del Ejemplo 2 y de 75% en peso de un poli(tereftalato de butileno) 1 en una extrusora de dos husillos a 230 hasta 260°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un número de viscosidad de 758. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-2.

### Ejemplo 9

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 25% en peso del producto del Ejemplo 3 y de 75% en peso de un poli(tereftalato de butileno) 1 en una extrusora de dos husillos a 230 hasta 260°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un número de viscosidad de 1.023. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-0.

### Ejemplo 10

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 25% en peso del producto del Ejemplo 4 y de 75% en peso de un poli(tereftalato de butileno) 1 en una extrusora de dos husillos a 230 hasta 260°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un número de viscosidad de 1.034. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-0.

### Ejemplo 11

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 25% en peso del producto del Ejemplo 5 y de 75% en peso de un poli(tereftalato de butileno) 1 en una extrusora de dos husillos a 230 hasta 260°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un número de viscosidad de 995. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-0.

### Ejemplo 12

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 12% en peso del producto del Ejemplo 1, de 6% en peso de cianurato de melamina, de 52% en peso de un poli(tereftalato de butileno) 2 y de 30% en peso de fibras de vidrio 1 en una extrusora de dos husillos a 230 hasta 260°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un número de viscosidad de 716. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-1.

### Ejemplo 13

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 12% en peso del producto del Ejemplo 3, de 6% en peso de cianurato de melamina, de 52% en peso de un poli(tereftalato de butileno) 2 y de 30% en peso de fibras de vidrio 1 en una extrusora de dos husillos a 230 hasta 260°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una

## ES 2 301 920 T3

máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 240 hasta 270°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un número de viscosidad de 1.005. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-0.

### 5 Ejemplo 14

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 70% en peso de una poliamida 6.6 y de 30% en peso de fibras de vidrio 1 en una extrusora de dos husillos a 260 hasta 280°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un índice volumétrico de fusión de 5,8 cm<sup>3</sup>/min. La probeta no es clasificable según la norma UL-94.

### 15 Ejemplo 15 de comparación

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 11,4% en peso del producto del Ejemplo 1, de 5,7% en peso de un polifosfato de melamina, de 0,9% en peso de borato de zinc, de 52% en peso de una poliamida 6.6 y de 30% en peso de fibras de vidrio 1 en una extrusora de dos husillos a 260 hasta 280°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un índice volumétrico de fusión de 16,7 cm<sup>3</sup>/min. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-2.

### 30 Ejemplo 16

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 11,4% en peso del producto del Ejemplo 3, de 5,7% en peso de un polifosfato de melamina, de 0,9% en peso de borato de zinc, de 52% en peso de una poliamida 6.6 y de 30% en peso de fibras de vidrio 1 en una extrusora de dos husillos a 260 hasta 280°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un índice volumétrico de fusión de 4,1 cm<sup>3</sup>/min. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-0.

### 40 Ejemplo 17

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 11,4% en peso del producto del Ejemplo 4, de 5,7% en peso de un polifosfato de melamina, de 0,9% en peso de óxido de zinc, de 52% en peso de una poliamida 6.6 y de 30% en peso de fibras de vidrio 1 en una extrusora de dos husillos a 260 hasta 280°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un índice volumétrico de fusión de 5,6 cm<sup>3</sup>/min. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-0.

### Ejemplo 18

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 12% en peso del producto del Ejemplo 4, de 6% en peso de un polifosfato de melamina, de 52% en peso de una poliamida 5 y de 30% en peso de fibras de vidrio 2 en una extrusora de dos husillos a 260 hasta 280°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 260 hasta 290°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. Se determina un índice volumétrico de fusión de 4,9 cm<sup>3</sup>/min. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-0.

### 65 Ejemplo 19

De acuerdo con la prescripción general “Producción, elaboración y ensayo de masas de moldeo ignifugadas de materiales sintéticos y de cuerpos moldeados ignifugados de materiales sintéticos” se formula una mezcla de 30% en



## ES 2 301 920 T3

peso del producto del Ejemplo 4 y de 70% en peso de un poliestireno en una extrusora de dos husillos a 170°C para dar una masa de moldeo polimérica ignifugada. Después de una desecación, las masas de moldeo se tratan en una máquina de moldeo por inyección a unas temperaturas de las masas de 200 hasta 250°C para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados. La probeta alcanza según la norma UL-94 una clasificación de V-0.

### Productos químicos utilizados

Polifosfato de melamina	Melapur 200/70, de la entidad Ciba SC
Cianurato de melamina	Melapur MC, de la entidad Ciba SC
Borato de zinc	Firebrake 500, de la entidad Borax
Óxido de zinc	de la entidad Rheinchemie
Poli(tereftalato de butileno) 1	Celanex 2300 GV1/30, de la entidad Celanese, EE.UU.
Poli(tereftalato de butileno) 2	Celanex 2500 GV1/30, de la entidad Celanese, EE.UU.
Poliamida 6.6	Ultramid A3, de la entidad BASF
Poliamida 6	Zytel 7301, de la entidad DuPont
Poliestireno	Poliestireno 143 E, de la entidad BASF
Fibras de vidrio 1	Vetrotex EC 10 983, 4,5 mm, de la entidad Saint Gobain
Fibras de vidrio 2	Chop Vantage 3540, PPG

TABLA 1

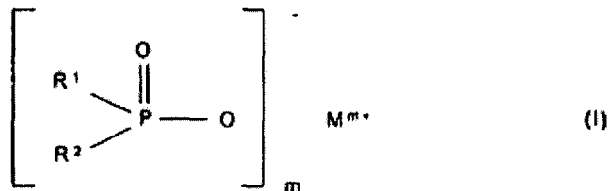
Ejemplo		1 (comp.)	2 (comp.)	3	4	5
Sal de Al del ácido dietil-fosfínico	% en moles	87,2	90,8	98,6	96,5	93,9
Sal de Al del ácido etil-butil-fosfínico	% en moles	11,9	8,4	0,9	2,7	5,5
Sal de Al del ácido etil-fosfónico	% en moles	0,9	0,8	0,5	0,8	0,6
Acetato restante	% en peso	0,88	0,45	0	0	0

Tabla 2

Ejemplo	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Producto del Ejemplo 1		25					12			11,4				
Producto del Ejemplo 2			25											
Producto del Ejemplo 3				25				12			11,4			
Producto del Ejemplo 4					25							11,4	12	30
Producto del Ejemplo 5						25								
Polifosfato de melamina										5,7	5,7	5,7	6	
Cianurato de melamina							6	6						
Borato de zinc										0,9	0,9	0,9		
Óxido de zinc														
Poli(tereftalato de butileno) 1	100	75	75	75	75	75								
Poli(tereftalato de butileno) 2							52	52						
Poliamida 6.6									70	52	52	52		
Poliamida 6													52	
Poliestireno														70
Fibras de vidrio 1							30	30	30	30	30	30		
Fibras de vidrio 2													30	
Número de viscosidad	1.072	719	758	1.023	1.034	995	716	1.005	-	-	-	-	-	-
Índice volumétrico de fusión, 275°C, 2	-	-	-	-	-	-	-	-	5,8	16,7	4,1	5,6	4,9	-
Clasificación según la norma UL-94	-	n. cl.	V-2	V-0	V-0	V-0	V-1	V-0	n. cl.	V-2	V-0	V-0	V-0	V-0

## REIVINDICACIONES

1. Utilización de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I)



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;

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

m significa de 1 a 4;

y cuyo contenido de telómeros es de 0,01 a 6% en peso,

y realizándose que en el caso de los telómeros, se trata de sales del ácido etil-butil-fosfínico, sales del ácido butil-butil-fosfínico, sales del ácido etil-hexil-fosfínico, sales del ácido butil-hexil-fosfínico y/o sales del ácido hexil-hexil-fosfínico, como agente ignifugante.

2. Utilización de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada** porque M significa aluminio, calcio, titanio, zinc, estaño o zirconio.

3. Utilización de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizada** porque  $\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$  son iguales o diferentes y significan metilo, etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, terc.-butilo, n-pentilo, iso-pentilo, n-hexilo y/o iso-hexilo.

4. Utilización de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada** porque en el caso de las sales de ácidos dialquil-fosfínicos se trata de las del conjunto formado por tris(dietil-fosfinato) de aluminio, bis(dietil-fosfinato) de zinc, bis(dietil-fosfinato) de titanio, tetraquis(dietil-fosfinato) de titanio y mezclas arbitrarias de éstas.

5. Composición de agente ignifugante, **caracterizada** porque ella contiene por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1.

6. Composición de agente ignifugante de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizada** porque ella contiene de 50 a 99,9% en peso de por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1 y de 0,1 a 50% en peso de por lo menos un aditivo.

7. Composición de agente ignifugante de acuerdo con la reivindicación 5 ó 6, **caracterizada** porque ella contiene de 95 a 70% en peso de por lo menos una sal de un ácido dialquil-fosfínico de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1 y de 5 a 30% en peso de por lo menos un aditivo.

8. Composición de agente ignifugante de acuerdo con la reivindicación 6 ó 7, **caracterizada** porque los aditivos proceden del conjunto formado por fosfato de melamina, fosfato de dimelamina, trifosfato de pentamelamina, difosfato de trimelamina, trifosfato de tetraquismelamina, pentafofosfato de hexaquismelamina, difosfato de melamina, tetrafosfato de melamina, pirofosfato de melamina, un polifosfato de melamina, un polifosfato de melam, un polifosfato de melem y/o un polifosfato de melon.

9. Composición de agente ignifugante de acuerdo con la reivindicación 6 ó 7, **caracterizada** porque los aditivos proceden del conjunto formado por ésteres oligoméricos del isocianurato de tris(hidroxietilo) con ácidos policarboxílicos aromáticos, benzoguanamina, isocianurato de tris(hidroxietilo), alantoína, glicol-urilo, melamina, cianurato de melamina, cianurato de urea, diciandiamida y/o guanidina.

10. Composición de agente ignifugante de acuerdo con la reivindicación 6 ó 7, **caracterizada** porque los aditivos proceden del conjunto formado por los compuestos de zinc, tales como óxido de zinc, hidróxido de zinc, hidrato de óxido de zinc, carbonato de zinc, estannato de zinc, hidroxi-estannato de zinc, silicato de zinc, fosfato de zinc, borato de zinc y/o molibdato de zinc.

## ES 2 301 920 T3

11. Composición de agente ignifugante de acuerdo con la reivindicación 6 ó 7, **caracterizada** porque los aditivos proceden del conjunto formado por las carbodiimidas y/o los poli(isocianatos), tales como carbonil-bis(caprolactama) y/o polímeros de estireno y compuestos acrílicos.

12. Masa de moldeo polimérica ignifugada, **caracterizada** porque ella contiene de 1 a 50% en peso de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1 o de una composición de agente ignifugante de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 5 a 11,

de 1 a 99% en peso de un polímero o de mezclas de polímeros,

de 0 a 60% en peso de aditivos y

de 0 a 60% en peso de un material de carga.

13. Masa de moldeo polimérica ignifugada de acuerdo con la reivindicación 12, **caracterizada** porque los polímeros proceden del conjunto formado por los polímeros termoplásticos, tales como un poliéster, un poliestireno o una poliamida, y/o los polímeros termoestables.

14. Masa de moldeo polimérica ignifugada de acuerdo con la reivindicación 12 ó 13, **caracterizada** porque la humedad residual es de 0,01 a 10% en peso, de manera preferida de 0,1 a 1% en peso.

15. Procedimiento para la producción de masas de moldeo poliméricas ignifugadas, **caracterizado** porque las sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1 y/o las composiciones de agentes ignifugantes de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 6 a 11 se mezclan con el granulado polimérico y eventualmente con aditivos en un mezclador y se homogeneizan en un equipo de composición a temperaturas elevadas en la masa fundida polimérica y a continuación el cordón polimérico homogeneizado se retira, se enfría y se reparte en porciones.

16. Utilización de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1 y/o de las composiciones de agentes ignifugantes de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 6 a 11 en cuerpos moldeados poliméricos ignifugados.

17. Cuerpos moldeados, películas, hilos y fibras, poliméricos, ignifugados/as, que contienen

de 1 a 50% en peso de sales de ácidos dialquil-fosfínicos de la fórmula (I) de acuerdo con la reivindicación 1 y/o de las composiciones de agentes ignifugantes de acuerdo con por lo menos una las reivindicaciones 6 a 11,

de 1 a 99% en peso de polímeros o mezclas de polímeros,

de 0 a 60% en peso de aditivos y

de 0 a 60% en peso de materiales de carga.

18. Procedimiento para la producción de cuerpos moldeados poliméricos, **caracterizado** porque las masas de moldeo poliméricas ignifugadas de acuerdo con la reivindicación 17 se elaboran mediante moldeo por inyección y prensado, moldeo por inyección de espuma, moldeo por inyección con presión interna de gas, moldeo por soplado, moldeo por colada de láminas, calandrado, estratificación o revestimiento a temperaturas elevadas para dar cuerpos moldeados poliméricos ignifugados.