



NOV. 11
206230

206230

Memoria Descriptiva

para

un Certificado de Adición

a favor de

la r. s. Phrix-Werke Aktiengesellschaft
-sociedad alemana-

residente en

Hamburg 26 (Alemania) Stephansplatz 10.

por:

"Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal
n° 199.718. solicitada por: "PROCEDIMIENTO PARA AUMENTAR
RESISTENCIA DE FIBRAS Y TEJIDOS A CHAFARSE O ARRUGARSE".

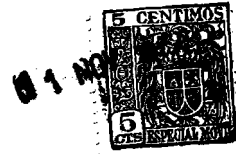
.INVENTORES: Dr. Erich Torke y Dr. Josef König
ambos de nacionalidad alemana.



206230

5 En la solicitud de patente española nº 199,718 se ha descrito un procedimiento para aumentar la resistencia de las fibras y tejidos, especialmente de celulosa regenerada, contra el arrugamiento, según el cual el material textil se trata con una disolución acuosa de aldehidos polivalentes, dado el caso sustituidos, especialmente glioxal, y la cual como catalizador contiene un ácido que puede condensar con la sustancia fibrosa, p. ej. el grupo hidroxilo libre de la celulosa. Se señala de modo especial el ácido glioxílico, cuyo carbonilo puede reaccionar con la celulosa formando acetal. La resistencia al arrugamiento así lograda supera considerablemente al efecto conocido logrado mediante glioxal empleando otros catalizadores ácidos, p. ej. ácido acético o ácido bórico.

15 Ahora bien, se ha descubierto que no solo se logra una excelente resistencia al arrugamiento, sino también de modo especial una inalterabilidad inesperadamente elevada del material tratado en el lavado, cuando al baño de tratamiento conteniendo glioxal, además del ácido catalizador según la patente principal, p. ej. ácido glioxílico, se agrega también ácido bórico. El efecto así logrado supera con mucho al logrado con glioxal y ácido glioxílico solamente o con glioxal y ácido bórico solamente, efecto que también se logra cuando un material proyisto según el método de la patente principal, 20 de glioxal y ácido glioxílico, se somete, p. ej. después del 25



206230

del secado, a un nuevo tratamiento con disolución de ácido bórico. Este efecto sorprendente es una propiedad específica de la adición de ácido bórico y no se produce por otro ácido, p. ej. ácido acético junto con ácido glioxílico. Se ha comprobado que para obtener un buen efecto impregnador, el pH de la disolución debe encontrarse lo más posible entre unos 3,0 y 4,0 pero siempre no muy por-bajo de 3,0. Pero los aldehidos polivalentes producidos industrialmente, especialmente el glioxal, contienen con facilidad un considerable exceso de ácido, de suerte que en la práctica es necesario muchas veces ajustar el pH de la disolución dentro de los límites debidos por neutralización del ácido antes de la impregnación.

Además por los ácidos enérgicos se deteriora también la fibra y se afecta la solidez a la luz de los tintes, de modo especial cuando se emplean colorantes sustantivos. Por consiguiente si debido a la producción industrial de un componente, existiesen impurezas originadas por los indicados ácidos enérgicos, p. ej. por el ácido nítrico procedente de la fabricación del glioxal, estos ácidos deben neutralizarse cuidadosamente. Por el contrario los ácidos débiles, p. ej. el acético, no perturban.

El pH requerido debe además permanecer siempre el mismo aun durante el proceso de secado que sigue a la impregnación, pues de lo contrario fácilmente se pone amarillo el material o hay un cambio de color en los artículos textiles ya teñidos.

Para ajustar el pH son inadecuadas las sales tampón ordinarias, p. ej. el acetato sódico, pues en el secado se



206230

pierde en parte el ácido volátil y consiguientemente el pH del material textil se altera de modo inconveniente.

5 Por el contrario se ha descubierto que para el ajuste del grado de acidez requerido se prestan excelentemente las sales alcalinas o alcalinotérreas de ácidos no volátiles, pre-
suponiendo que estos ácidos posean por su parte un pequeño poder disociador que en todo caso debe ser menor que el del ácido oxálico. Se prestan de modo especial las combinaciones al-
10 calinas o alcalinotérreas del ácido bórico, ácido tártrico y también ácido fosfórico, pudiéndose emplear en lugar de la sal sódica del ácido bórico, también bórax industrial con muy buen resultado.

15 Si el material textil impregnado con esta disolución se calienta rápidamente para secarlo, puede ocurrir que los aldehidos polivalentes, que como el glioxal p. ej., presentan en parte un punto bajo de ebullición, se arrastren por el líquido vaporizado antes de que reaccionen en grado suficiente con la sustancia fibrosa.

20 Ahora bien, se ha descubierto también que se consigue mantener sobre la fibra aun los aldehidos polivalentes fácilmente vaporizables, como el glioxal, cuyo punto de ebullición es de 51º, cuando al líquido impregnador se incorporan combinaciones de hidratos de carbono solubles en agua y de peso molecular elevado, p. ej. combinaciones de celulosa solubles en
25 agua o féculas. Como combinaciones celulósicas solubles en agua se prestan en primer lugar la celulosa oxialquímica o el ácido celulosaoxicarbónico. En efecto, se ha comprobado que al calentar disoluciones de aldehidos polivalentes con estas combinaciones de hidratos de carbono solubles en agua y de



206230

5 elevado peso molecular, se inicia una reacción del aldehído con ellas, haciéndose más difícilmente solubles en agua los productos aún en agua hirviendo. Resulta muy ventajoso el hecho de que los tejidos provistos de disoluciones impregnadoras conteniendo combinaciones de hidratos de carbono solubles en agua y de peso molecular elevado, presenta un tacto muy lleno.

10 Por lo demás la disolución impregnadora puede contener medios ópticos de blanqueo o sustancias cationactivas o no ionógenas, superficialmente activas. El secado del material así tratado deberá realizarse preferentemente a temperaturas inferiores a 100°.

Los siguientes ejemplos explicarán mejor el procedimiento.

Ejemplo 1:

15 Una disolución de glioxal al 3 % que contiene 0,4 % de ácido acético, se trata con 1 % de ácido glioxílico y 1 % de ácido bórico. En este baño se trata un tafetan de seda artificial. Después de la impregnación se exprime hasta el 90 % de la humedad y se seca inmediatamente a 95°. Después de un tiempo suficiente de acondicionamiento presenta este material un ángulo de arrugamiento de 110°, mientras que antes del tratamiento lo presentaba de 70°. Si el material así tratado se somete a un lavado como es usual en las casas para los artículos de lana y como después se describe, la tela presenta 20 después del secado y el acondicionamiento un ángulo de arrugamiento de 112°.

25 El poder de hinchazón del material no tratado es de 105 %, el del material tratado es de 64,4 % y el del lavado,



206230

de 64,1 %. Si del baño anterior de tratamiento se suprime el ácido bórico, entonces después de un solo lavado el ángulo de arrugamiento se rebaja a 92%.

El lavado se efectúa como sigue:

5

Se prepara una lejía de lavado como un litro de agua b blanda disolviendo 5 g de un medio comercial para lavado fino y ajustando a 40%. En este baño se revuelve el material que se ha de lavar durante 10 minutos, luego se aclara primero con agua del calor de la mano y luego con agua fría, hasta que dicha agua salga clara. Después se seca al aire y por lo menos durante 3 días se expone a las condiciones climáticas normales antes de efectuar la investigación.

10

Ejemplo 2:

15

Con glioxal industrial se prepara una disolución al 3 %, en la que mediante bicarbonato sódico se neutraliza exactamente el ácido nítrico libre (0,03 %) existente como impureza. La disolución contiene además 0,5 % de ácido acético. Como catalizador se agrega 1 % de ácido glioxílico. Además se añade 0,3 % de celulosa-glicolato de sosa y 0,2 % de un reblandecedor no ionógeno y 2,5 % de ácido bórico. Con este baño se trata por el método descrito en el ejemplo 1 una sarga de lana de celulosa a la viscosa al 100 %. Se obtiene un artículo blando y lleno de elevada elasticidad a la tensión, cuyas valiosas propiedades no se pierden después del lavado, como se desprende de los siguientes datos:

20

25

Material no tratado:	ángulo de arrugto.	80%	poder hinchazón	95 %
Material tratado:	"	"	"	62,7 %
Material lavado:	"	"	"	62,2 %



206230

Ejemplo 3:

5 Con glioxal industrial se prepara un baño de tratamiento que junto con 3 % de glioxal contiene también 4 % de ácido acético. Una sarga de lana de celulosa a la viscosa al 100 %, tratada con este baño por el método del ejemplo 1 y que antes del tratamiento presentaba un ángulo de arrugamiento de 80°, posee después de este tratamiento un ángulo de arrugamiento de 110°.

10 Si a la anterior disolución se agregan 20 g de ácido bórico por litro, entonces la tela tratada con ella presenta un ángulo de arrugamiento de 125°.

15 Después de agregar otros 10 g de ácido glioxílico al anterior baño de tratamiento se comunica al mismo tejido un ángulo de arrugamiento de 157°, el cual tampoco se pierde con un lavado como el descrito en el ejemplo 1.

20 De esta comparación se desprende claramente que el ácido bórico solo únicamente produce un pequeño aumento en el ángulo de arrugamiento, pero que por adición de ácido glioxílico se logra el elevado ángulo de arrugamiento característico del invento.

Ejemplo 4:

25 Con glioxal industrial se prepara por dilución con agua una disolución que junto con 3 % de glioxal contiene 0,4 % de ácido acético. A esta disolución se añade 1 % de ácido glioxílico y 0,5 % de ácido bórico. En la disolución anteriormente descrita se impregna una sarga fabricada con 100 % de lana de celulosa a la viscosa, se escurre inmediatamente en el fbularad hasta el 90 % de humedad y luego se seca a 100°

11 NO



206230

La tela presenta un ángulo de arrugamiento de 135° que después del lavado se reduce a 125°.

Ejemplo 5:

5 Con poliglicol se prepara una disolución por dilución con agua, la cual se ajusta a 3 % de glioxal. A esta disolución se añade 2 % de ácido glioxílico y 1 % de ácido bórico y se trata la misma tela que en el ejemplo 4. El material presenta un ángulo de arrugamiento de 149°, que después del lavado desciende a 146°.

10 Ejemplo 6:

Se emplea glioxal industrial que junto con 30 % de glioxal contiene también 20 % de ácido glioxílico y 50 % de ácido acético. Se toman 100 g de este producto y se diluyen con 875 g de agua. A esto se agregan 25 g de borax industrial que se disuelven mezclando intensamente. Se determina el pH de la disolución clara que se encuentra en 3,7. En este baño se trata durante 2 minutos un tejido de lana de celulosa teñido con 2 % de un colorante sustantivo, p. ej. siriuslichtrubin B, se exprime inmediatamente hasta 90 % de humedad, se seca luego en un desecador a 90° con buena circulación de aire y así se obtiene un artículo resistente al arrugamiento que en la pérdida de color corresponde a la coloración original, mientras que un tratamiento de la misma pieza para la comparación, realizado en baño de glioxal no corregido con borax, presenta un cambio de color claramente apreciable.

15

20

25

Ejemplo 7:

Glioxal industrial con un contenido de éste de 30 %.



206230

5 con 2,8 % de ácido glicólico y 4,5 % de ácido acético, se diluye con 9 veces su cantidad de H₂O. Luego se agrega la cantidad de borax necesario para que el pH sea de 4,2; en este baño se trata una pieza de muselina blanca de lana de celulosa, se exprime hasta 90 % de humedad y se seca a 80°. Se obtiene un artículo blanco resistente al arrugamiento, mientras que con un baño impregnador por lo demás igual, en el que el pH no se ajustó con NaOH al mismo grado, se obtiene un artículo amarillento.

10 Ejemplo 8:

15 A una disolución al 3 % de glioxal se añade 1 % de ácido tártrico y 0,5 % de fécula de harina de patata, que de antemano se ha disuelto con H₂O dando un líquido claro. Se agrega además 0,1 % de un reblandecedor no ionógeno y se pone al baño a 40°. En éste se impregna ahora un tejido de reyón, se exprime inmediatamente hasta el 85 % de humedad y finalmente se seca a 90° bajo pequeña tensión. El tejido presenta un tacto lleno y una resistencia al arrugamiento grandemente mejorada.

20 Ejemplo 9:

Una disolución que contiene 3 % de glioxal, 0,5 % de ácido celulosaglicólico, 0,5 % de estearato de trietanolamina y 0,2 % de ácido glicólico, se divide en tres partes y se utiliza para impregnar,

- 25
- a) Un tejido de lana de celulosa con ligamento de sarga,
 - b) Un tejido de lana de celulosa con ligamento de tafetan,
 - c) Un tejido de fibra de ortiga y algodón.



206230

Después de 3 minutos de impregnación se exprime el material y en el espacio de 30 minutos se seca a una temperatura inferior a 100°. Los ángulos de arrugamiento de las telas impregnadas son:

5

- a) 130°
- b) 145°
- c) 115°

10

En lugar de emplear ácido celulosaglicólico puede con igual resultado emplearse también oxietilcelulosa. Las cantidades de la combinación soluble en agua pueden oscilar aproximadamente entre 0,1 y 1,0 % calculada por el baño impregnador.

15

Las combinaciones originadas en la reacción entre las combinaciones de celulosa solubles en agua y los aldehidos, especialmente el glioxal, ofrecen además la ventaja especial de que son completamente transparentes y muchas veces incoloras, mientras que calentando inadecuadamente las disoluciones conteniendo aldehidos, de modo especial con temperatura demasiado elevada, pueden fácilmente producirse coloraciones amarillentas.

20

=====
=====
=====

206230



206230

N O T A
=====

La presente patente de introducción comprende las siguientes reivindicaciones:

5 1.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 199718, solicitada por "procedimiento para aumentar la resistencia de fibras y tejidos a chafarse o arrugarse" gracias a la impregnación con una disolución acuosa ácida de aldehydos polivalentes dado el caso sustituidos, empleando como catalizadores de condensación ácidos aldehído-carboxílicos, como ácido glioxílico, caracterizadas porque al baño de tratamiento se agrega ácido bórico, manteniendo el pH de la disolución entre 3 y 4.

10 2.- Mejoras según lo reivindicado en el punto 1, caracterizadas porque se neutralizan los ácidos enérgicos posiblemente existentes en el baño de tratamiento, de suerte que el pH de la disolución se encuentre dentro de los límites señalados.

15 3.- Mejoras según lo reivindicado en los puntos 1 ó 2, caracterizadas porque al baño de tratamiento se incorpora una sal alcalina o alcalinotérrea del ácido bórico o de otro ácido no volátil, cuyo grado de disociación sea menor que el del ácido oxálico.

20 4.- Mejoras según lo reivindicado en los puntos 1 a 3, caracterizadas porque al baño de tratamiento se agregan pequeñas cantidades de combinaciones de hidratos de carbono solubles en agua y de peso molecular algo elevado.

25 5.- Mejoras según lo reivindicado en el punto 4, caracterizadas porque como combinaciones de hidratos de carbono se emplean combinaciones de celulosa, como oxialquilcelulosa



11 NO

206230

o ácidos celulosa-carboxílicos.

6.- Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 199.718, solicitada por procedimiento para aumentar la resistencia de fibras y tejidos a chafarse o arrugarse.

5

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de once hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 11 de Noviembre de 1952.