

22



C E R T I F I C A D O  
D E  
A D I C I O N

por "MEJORAS EN EL OBJETO DE LA PATENTE PRINCIPAL N° 204.420",  
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PROTECCION DE MATERIAL FIBROSO  
CONTENIENDO CELULOSA, CONTRA EL ATAQUE POR MICROORGANISMOS",  
a favor de CIBA Soci t  Anonyme, de nacionalidad suiza, domi-  
ciliada en BASILEA, (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente certificado de adici n se refiere a mejo-  
ras en el objeto de la patente principal n  204.420 por "Pro-  
cedimiento para la protecci n de material fibroso conteniendo  
celulosa, contra el ataque por microorganismos".

5. Ya ha sido propuesto el fijar aminoplastos endureci-  
bles sobre material fibroso que contiene celulosa, con un va-  
lor de hinchado de por s  bajo, transform ndolos en el estado  
insoluble en agua, sin absorber del todo el agua del l quido  
de impregnaci n hasta la terminaci n de la condensaci n de
10. resina. A diferencia de la fijaci n usual en caliente despu s



de haber tenido lugar el secado (endurecimiento en seco), la fijación en presencia de agua descrita es denominada fijación en húmedo.

5. En contraposición al endurecimiento en seco, con la fijación en húmedo las propiedades mecánicas del material fibroso, siempre que se trate de material con bajo valor de hinchado, no son modificadas, o solamente lo son, a lo sumo, poco. Pero esto no ha de atribuirse tan sólo a una forma de transición lograda por condiciones de fijación más suaves del estado usual en el endurecimiento en seco, sino que, probablemente, está relacionado con un transcurso de índole diferente del proceso de condensación. El hecho es que la fijación en húmedo conduce a productos condensados a fondo y ampliamente insolubles, lo cual no se produce en la misma medida en el endurecimiento en seco usual.
- 10.
- 15.

- Por la incorporación estable al agua de resina artificial, el material textil puede ser protegido de modo durable con la fijación en húmedo contra el ataque por microorganismos, sin que se perjudiquen al efecto propiedades tales como resistencia a la rotura o resistencia al rozamiento. Pero el procedimiento también puede ser llevado a cabo para otras finalidades, por ejemplo para la protección de las fibras celulósicas contra la acción nociva de la luz, o para modificar sus propiedades tintóreas en el sentido de una "animalización".
- 20.

25. La fijación en húmedo hasta el presente se llevaba a cabo almacenando el material fibroso, después de efectuada la impregnación y la eliminación mecánica del líquido de impregnación en exceso, durante un tiempo prolongado a temperatura ordinaria o aumentada, eventualmente bajo circulación de aire, con o sin separación por secado parcial, del agua presente.
- 30.

228374

22 F



Un método operatorio de esta naturaleza requiere relativamente mucho tiempo y encierra el riesgo de un resultado irregular, puesto que es difícil evitar que se produzcan secados locales.

5. Ahora bien, se ha encontrado que la fijación en húmedo puede ser llevada a cabo de modo sencillo y en breve tiempo, si se utiliza como manantial térmico vapor de agua en vez de aire caliente que contiene más o menos vapor de agua. Al efecto, las bobinas de devanado cruzado o género en madejas, son calentadas en breve tiempo hasta las capas más interiores. Empleando vapor de agua saturado no existe ningún riesgo de un secado local. Si se opera a temperaturas más altas, por ejemplo a 110-120° bajo presión, se puede reducir ampliamente el tiempo de fijación, de modo que el proceso entero, inclusive el tiempo de calentamiento, puede quedar concluído en 15. a 2 horas, o bien aun mucho más rápidamente.

- Hay que tener cuidado de que al calentar el material fibroso húmedo, el agua formada del vapor sea absorbido por el material, sin que llegue a producirse el flujo de la solución de impregnación. Lo mejor es realizar esto por amplia eliminación de la solución de impregnación en exceso mediante exprimido, centrifugado o aspiración.

E J E M P L O 1.

25. Dos madejas de hilo de algodón 30/2 blanqueado, son introducidas en una solución que contiene 100 g de un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y aproximadamente 2 moles de formaldehído, 5 g de un catalizador clorhídrico de etanolamina, y un gramo de un mojante no ionógeno, por litro, a temperatura ambiente, efectuando varias pasadas por la misma, ligeramente exprimi-
- 30.

226874 22 F



das a mano y centrifugadas hasta un 175% del peso primitivo en una centrifugadora.

5. Una de estas madejas es designada con el N° 1 y es suspendida, sin secar, de una vara de madera en una pequeña caldera a presión para ensayos. En el fondo de la caldera se encuentra una capa de agua, en la cual desemboca un tubo de entrada de vapor. La madeja es protegida de las salpicaduras de agua por un cedazo dispuesto encima de la capa de agua. Después de cerrar la caldera a presión se deja entrar vapor hasta que la temperatura en el interior de la caldera sube a 110°. Esta temperatura es mantenida, con salida de vapor marcadamente estrangulada por un separador de agua durante 2 horas. Después del tratamiento con vapor la madeja es enjuagada y secada.

10. La madeja N° 2, impregnada y centrifugada juntamente con la madeja N° 1, es secada después del centrifugado a aproximadamente 40°C y endurecida, seguidamente, durante 6 minutos a 140°. Seguidamente es enjuagada y secada.

15. Para calificar la fijación de la resina, se utiliza secciones de ambas madejas para la determinación del nitrógeno según Kjeldahl. Otras secciones son tratadas, antes de la determinación del nitrógeno, durante 1/2 hora con agua hirviente, o bien con ácido fórmico al 1% a 70°C para la eliminación de las porciones resinosas no fijadas completamente.

20. Se encuentran los valores de nitrógeno siguientes:

Madeja	Contenido de nitrógeno en %		
	tal cual	hervida durante 1/2 hora en agua	1/2 hora en ácido fórmico al 1% a 70°C.
N° 1	5.1	5.1	4.8
N° 2	4.8	3.5	1.4

226874 22 R



De estas cifras se desprende que con la fijación en húmedo por acción de vapor (Nº 1) ha tenido lugar una fijación de resina mucho más profunda que con el usual endurecimiento en seco (Nº 2). Después de un acondicionamiento durante 48 horas a 20°C y humedad atmosférica relativa de un 64%, se utiliza la parte restante de ambas madejas, juntamente con hilo de algodón no tratado para la determinación de la resistencia al rozamiento. Las mediciones son efectuadas en un frotímetro para hilo, en el cual el hilo es rozado consigo mismo por movimiento de vaivén. Por término medio se encontraron, por cada 10 mediciones, las siguientes cifras de rozamiento:

Hilo no tratado	28
madeja Nº 1	27
madeja Nº 2	6.

15. EJEMPLO 2.

Se opera exactamente como en el ejemplo 1, con la diferencia de que en lugar de género en madeja, se utiliza bobinas de algodón devanadas en cruzado, las cuales, después de la impregnación en un utillaje de laboratorio para el teñido de bobinas individuales de devanado cruzado, son centrifugadas a un 175% y fijadas en húmedo durante 2 horas a 110° con vapor, o bien endurecidas durante 6 minutos a 140° después del secado. Mientras que el hilo de la bobina fijada en húmedo con vapor queda firme y elástico, el de la endurecida en seco es quebradizo y del todo inservible para el empleo ulterior.

25. EJEMPLO 3.

2 madejas de hilo de algodón son impregnadas cuidadosamente con una solución que contiene 100 g de un producto de condensación limitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de

30.

226874

22



5. melamina y 3 moles de formaldehído, 1,2 g de gelatina, 15 cc de amoníaco al 25% y 10 g de cloruro de amonio, por litro, y centrifugadas a 175% del peso primitivo. Seguidamente, se fija, exactamente como en el ejemplo 1, la madeja N° 1 en húmedo durante dos horas a 110° con vapor, mientras que la madeja N° 2 es secada y endurecida en seco durante 6 minutos a 140°, Las determinaciones según Kjeldahl dan los siguientes valores de nitrógeno.

Madeja	Contenido de nitrógeno en %		
	tal cual	hervida durante 1/2 hora en agua	1/2 hora en ácido fórmico al 1% a 70°C
N° 1	4.7	4.7	4.8
N° 2	4.7	4.4	3.0

10. La determinación de la resistencia a la rotura en estado seco y húmedo, da los siguientes valores medios:

Hilo	Medición en seco		Medición en húmedo	
	Resistencia	Dilatación	Resistencia	Dilatación
No tratado	645	11.8	716	7.8
N° 1	681	15.0	725	20.0
N° 2	344	3.2	384	4.8

15. La invención, en su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización, que difieran en detalle de las indicadas a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, llevarse a la práctica con los medios y aparatos más adecuados por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.

226874

22 F



N O T A

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas las siguientes reivindicaciones con prioridad suiza número 16427 del 23 de Febrero de 1955.

5. 1. Mejoras en el objeto de la patente principal N<sup>o</sup> 204.420, por "Procedimiento para la protección de material fibroso conteniendo celulosa, contra el ataque por microorganismos", caracterizado porque la fijación se lleva a cabo a temperatura aumentada, con vapor de agua directo, eventualmente bajo presión, como manantial de calor principal.
10. 2. Mejoras en el objeto de la patente principal N<sup>o</sup> 204.420, por "Procedimiento para la protección de material fibroso conteniendo celulosa, contra el ataque por microorganismos".
15. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de siete hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 22 de Febrero de 1956.

CIBA Sociéte Anonyme

p.a.

JAIMÉ ISERN MIRALLES  
P. P.