

245914



245914

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA PROTEGER MATERIAL FIBROSO QUE CONTIENE CELULOSA CONTRA LAS INFLUENCIAS DEL TIEMPO, PARTICULARMENTE CONTRA LA LUZ SOLAR", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es conocido el disminuir el efecto nocivo de la luz solar sobre las fibras celulósicas, fijando sobre la fibra pigmentos que producen efecto de pantalla para la luz, con ayuda de resinas endurecibles. En los procedimientos de endurecimiento propuestos hasta el presente para la fijación bastante estable de pigmentos, a cuyo efecto es endurecido después del secado a temperatura aumentada, por ejemplo a unos 120-160^o, no obstante, se debía conformarse con una pérdida considerable de la resistencia mecánica del material fibroso celulósico tratado.

5.

10.

245914



.2.

Puesto que para muchas finalidades de empleo de los tejidos celulósicos para los que es deseable una elevada resistencia a los agentes atmosféricos, como vg. para lonas, géneros para cortinas de ventana y similares, las resistencias mecánicas también han de satisfacer simultáneamente exigencias máximas, los procedimientos conocidos para la protección de tejidos celulósicos contra la luz solar no podían satisfacer hasta la fecha.

Ahora bien, se ha encontrado sorprendentemente, que se puede fijar los pigmentos de efecto de pantalla contra la luz con buenas solideces, particularmente buena solidez a humedad y frote, hasta en el caso de transformar los aminoplastos endurecibles, no mediante la fijación térmica usual después de efectuado el secado, sino en presencia de agua, en el estado insoluble en agua. Por esta fijación en húmedo, en contraposición al endurecimiento en seco, no es disminuida la resistencia mecánica de los materiales celulósicos tratados, y además, por esta modalidad de fijación el material tratado es protegido eminentemente contra la descomposición, es decir contra el ataque por microorganismos.

Constituye, por lo tanto, un objeto de la presente invención, un procedimiento para proteger material fibroso que contiene celulosa contra las influencias del tiempo, como particularmente contra la luz solar, por la fijación de pigmentos sobre la fibra que producen un efecto protector contra la luz mediante aminoplastos endurecibles, por lo menos limitadamente solubles en el agua, caracterizado porque se trata el material fibroso en presencia de los pigmentos indicados con un líquido de impregnación en el que está dispersado el aminoplasto indicado, y porque después de la impregnación del material fibroso



245914

12 D 16

y la eliminación mecánica del líquido de impregnación en exceso, se transforma el aminoplasto en y sobre las fibras, en el estado insoluble en agua, sin eliminar por secado totalmente el agua que proviene del líquido de impregnación y retenida por las fibras, hasta que esté terminada la condensación de la resina, de modo que la condensación se desarrolla en presencia de agua.

5. Convenientemente se adiciona aceleradores de reacción a los baños de tratamiento.

Ventajosamente, se lleva a cabo la fijación a temperatura aumentada, utilizando como fuente principal de calor vapor de agua directo, eventualmente a presión.

10.

Como pigmentos entran en consideración aquéllos que ejercen un efecto protector contra la luz. Son apropiados por ejemplo los pigmentos de ftalocianina, como ftalocianina de cobre, o ftalocianinas exentas de metal.

15.

Preferentemente, se utiliza los pigmentos inorgánicos, conocidos por su efecto protector contra la luz para materiales celulósicos, como siena y, particularmente, pigmentos inorgánicos que contienen cromo, como óxidos de cromo, verde al oxihidrato de cromo (verde de Guignet), cromato de plomo neutro y básico (amarillo de cromo y rojo de cromo), cromato de bario-potasio, cromatos de cadmio, cromato de estaño (amarillo de estaño), cromatos de cobre (negro de cromo), etc.

20.

Además de puede utilizar mezclas de tales pigmentos que contiene cromo con otros pigmentos inorgánicos u orgánicos. Particularmente ventajoso, con miras a la mejora de la estabilidad al aire libre, es el empleo simultáneo de pigmentos con eficacia fungicida, como carbonato de cobre básico.

25.

Es posible operar en dos fases, ya sea produciendo los pigmentos in situ sobre el tejido que contiene celulosa,

30.



por ejemplo por foulardeo sucesivo en una solución de acetato de plomo y una de bicromato potásico, ya sea impregnando el tejido con una dispersión acuosa del pigmento e impregnando el tejido así tratado después del secado con una solución o emulsión del aminoplasto endurecible.

5.

El material textil que contiene celulosa, no obstante, es tratado de preferencia, directamente con una dispersión del pigmento en una emulsión o solución acuosa del aminoplasto endurecible.

10.

Por el concepto de aminoplastos endurecibles a los que se puede recurrir para el presente procedimiento, han de entenderse tanto resinas de carbamida y melamina ilimitadamente hidrosolubles, como asimismo limitadamente hidrosolubles, endurecibles, eventualmente eterificadas, que son obtenidas de modo

15.

conocido de por sí, por condensación de formaldehído con carbamidas, como por ejemplo urea, tiourea, guanidina, diurea de etileno, cianamida, diciandiamida, biguanida, además aminotriazinas, como melam, melem, formoguanamina, acetoguanamina, benzoguanamina y, particularmente melamina, así como mezclas de

20.

tales compuestos entre sí, además sus alquil- y acilcompuestos. Particularmente ventajoso es el empleo de productos de condensación hidrosolubles a base de melamina y formaldehído, por ejemplo un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de un mol de melamina y 2 o 3 moles de formaldehído.

25.

Por productos de condensación limitadamente hidrosolubles en el sentido de la presente invención han de entenderse aquellas fases intermedias coloidales que se originan primero al continuar la condensación más allá de la fase de metilol cristalina. Se caracterizan porque son precipitados de sus so-

30.

luciones acuosas concentradas por adición de agua.



12 D

245914

- Los productos de condensación ilimitadamente hidrosolubles son aplicados en forma de soluciones acuosas, en tanto que los limitadamente hidrosolubles son aplicados, o en forma de soluciones de los productos de condensación solubilizadores con ayuda de ácidos, o en forma de emulsiones. Como acelerantes de la reacción que son adicionados convenientemente tanto a las soluciones, como asimismo a las emulsiones, entran en consideración los catalizadores de endurecimiento generalmente usuales, por ejemplo ácidos, como el ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, o ácido fórmico; también se puede recurrir a sales de ácidos fuertes con bases débiles, por ejemplo sales amónicas de ácidos fuertes inorgánicos y orgánicos, como cloruro amónico, sulfato amónico, nitrato amónico, oxalato amónico, o lactato amónico. Con ventaja particular se utiliza como catalizadores los ésteres de alcoholes polivalentes o de ácidos polivalentes, como diacetina, monoclorhidrina, diacetato glicólico, tartrato de dietilo, y otros, que son hidrolizados a temperatura aumentada bajo disociación de ácido.

- Aunque con arreglo al procedimiento según la invención ya con el empleo del aminoplasto endurecible sólo como agente de unión para los pigmentos con efecto de pantalla contra la luz sean logradas buenas solideces al frote, aún resulta posible mejorar ulteriormente las solideces al frote, si se añade adicionalmente, de manera conocida de por sí, ulteriores medios de unión de pigmentos. Como tales entran en consideración látices de caucho natural o sintético, o dispersiones de materias artificiales de polimerización flexibles y elásticas y/o emulsiones de aminoplastos endurecibles, insolubles en agua, pero solubles en disolventes orgánicos.

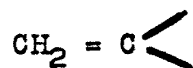
- Los polimerizados utilizados al mismo tiempo, eventual-



245914

12

mente en forma de dispersión, pueden ser homopolimerizados o polimerizados mixtos. Se derivan, preferentemente, de compuestos monómeros que tienen la agrupación atómica,



5. por ejemplo de ésteres vinílicos de ácidos orgánicos, como acetato de vinilo, formiato de vinilo, butirato de vinilo, benzoato de vinilo; además de vinilalkilcetonas; halogenuros de vinilo, como cloruro de vinilo, fluoruro de vinilo, cloruro de vinilideno; compuestos vinilarfílicos, como estireno y estirenos substituídos; además, de compuestos de la serie de los ácidos
10. acrílico y metacrílico, como ésteres a base de ácido acrílico y alcoholes o feneles, por ejemplo acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de dodecilo. Compuestos monómeros ulteriores que pueden servir para la síntesis de los polimerizados, son acrilonitrilo, acrilamida y derivados substituídos en el
15. nitrógeno amídico, además, derivados análogos del ácido metacrílico, ácido alfa-cloroacrílico, ácido crotónico, ácido maleico o ácido fumárico, o bien los propios ácido acrílico o ácido metacrílico; finalmente olefinas polimerizables, como
20. isobutileno, butadieno, 2-clorobutadieno, o compuestos heterocíclicos, como las piridinas vinílicas más diversas. Se cita los látices usuales en el comercio de cloruro de polivinilo o de polimerizados mixtos a base de estireno y butadieno, y a base de acrilonitrilo y butadieno. Polimerizados mixtos apropiados ulteriores están descritos, por ejemplo en la Memoria de
25. Patente suiza núm. 299 715. Los aminoplastos insolubles en agua, eventualmente utilizados simultáneamente, pueden derivarse, por una parte, de productos de condensación de formalde-



- hido a base de carbamidas como urea, tiourea, guanidina, diurea de acetileno, cianamida, diciandiamida, biguanida, además, de aminotriazinas como melam, melem, acetoguanamina, benzoguanamina, formoguanamina, o melamina, y, por la otra, de alcoholes no miscibles con agua como alcohol butílico, alcohol amílico, alcohol hexílico, ciclohexanol, alcohol bencílico, alcohol laurílico, alcohol oleílico, o alcohol abietílico. Además de los radicales etéreos, los productos de condensación también pueden contener, todavía radicales de ácidos de peso molecular más alto, como por ejemplo ácido esteárico. Si están presentes radicales de ácidos de esta naturaleza, los compuestos también pueden derivarse de éteres metilólicos con alcoholes hidrosolubles de bajo peso molecular. La preparación de tales productos de condensación es conocida. La preparación de las dispersiones acuosas puede tener lugar igualmente de modo conocido de por sí con emulgentes y coloides protectores como caseína, gelatina o productos de condensación de óxido de etileno de alcoholes de peso molecular más alto, ácidos o aminas, por ejemplo de alcohol oleílico, alcohol esteárico o alcohol hidroabiético. En la preparación de las dispersiones puede ser ventajoso eliminar disolventes eventualmente aún presentes que proceden de la preparación de los productos de condensación.
5. no miscibles con agua como alcohol butílico, alcohol amílico, alcohol hexílico, ciclohexanol, alcohol bencílico, alcohol laurílico, alcohol oleílico, o alcohol abietílico. Además de los radicales etéreos, los productos de condensación también pueden contener, todavía radicales de ácidos de peso molecular más alto, como por ejemplo ácido esteárico. Si están presentes radicales de ácidos de esta naturaleza, los compuestos también pueden derivarse de éteres metilólicos con alcoholes hidrosolubles de bajo peso molecular. La preparación de tales productos de condensación es conocida. La preparación de las dispersiones acuosas puede tener lugar igualmente de modo conocido de por sí con emulgentes y coloides protectores como caseína, gelatina o productos de condensación de óxido de etileno de alcoholes de peso molecular más alto, ácidos o aminas, por ejemplo de alcohol oleílico, alcohol esteárico o alcohol hidroabiético. En la preparación de las dispersiones puede ser ventajoso eliminar disolventes eventualmente aún presentes que proceden de la preparación de los productos de condensación.
10. Si están presentes radicales de ácidos de esta naturaleza, los compuestos también pueden derivarse de éteres metilólicos con alcoholes hidrosolubles de bajo peso molecular. La preparación de tales productos de condensación es conocida. La preparación de las dispersiones acuosas puede tener lugar igualmente de modo conocido de por sí con emulgentes y coloides protectores como caseína, gelatina o productos de condensación de óxido de etileno de alcoholes de peso molecular más alto, ácidos o aminas, por ejemplo de alcohol oleílico, alcohol esteárico o alcohol hidroabiético. En la preparación de las dispersiones puede ser ventajoso eliminar disolventes eventualmente aún presentes que proceden de la preparación de los productos de condensación.
15. La preparación de las dispersiones acuosas puede tener lugar igualmente de modo conocido de por sí con emulgentes y coloides protectores como caseína, gelatina o productos de condensación de óxido de etileno de alcoholes de peso molecular más alto, ácidos o aminas, por ejemplo de alcohol oleílico, alcohol esteárico o alcohol hidroabiético. En la preparación de las dispersiones puede ser ventajoso eliminar disolventes eventualmente aún presentes que proceden de la preparación de los productos de condensación.
20. En la preparación de las dispersiones puede ser ventajoso eliminar disolventes eventualmente aún presentes que proceden de la preparación de los productos de condensación.

Los baños para la impregnación según el invento contienen ventajosamente el aminoplasto suficiente, ya sea en solución, ya sea en emulsión, para que en el material fibroso tratado sea acumulado más o menos un 5 a 15% referido al peso de fibra.

25.

La impregnación se puede llevar a cabo según los procedimientos usuales y con el empleo de las prescripciones usuales.

30.

245914



La fijación según el invento de los aminoplastos puede efectuarse enteramente sin secado del material fibroso impregnado, o con secado parcial del mismo, antes o durante el proceso de fijación, siempre que el secado se desarrolle de modo

5. uniforme sin migración molesta de los productos de condensación. La realización más sencilla consiste en almacenar durante un tiempo prolongado el material fibroso, impregnado con una solución o emulsión, después de exprimido o centrifugado, es decir después de la eliminación mecánica del líquido de baño

10. en exceso, sin secar, e impidiendo un secado prematuro. El lapso de tiempo durante el cual el material ha de ser almacenado oscila entre unos minutos y unos cuantos días. Depende, por una parte, de los aminoplastos y acelerantes de reacción utilizados y, por la otra, de la temperatura de almacenamiento. El

15. almacenamiento puede efectuarse a temperatura ordinaria, o bien aumentada, vg. a 80°. Se ha mostrado como ventajoso, almacenar el material fibroso impregnado en un recipiente cerrado, ya que de esta manera se impide espontáneamente un secado prematuro. Una vez efectuada la fijación de la resina, el material

20. fibroso es secado. Como se ha expuesto antes, con el procedimiento según la invención puede tener lugar también un secado parcial antes o después de la fijación de la resina. Al efecto se debe tener presente que no se produzca ningún sobresecado de porciones individuales del material textil tratado, ni

25. una migración de la resina no fijada durante el secado, puesto que de lo contrario puede ser perjudicado el éxito del tratamiento. Se puede efectuar un secado uniforme por ejemplo almacenando el material fibroso en un armario, secador, a través del cual circula una corriente de aire con determinada humedad

30. relativa. De esta manera el material fibroso sólo puede despren-



245914

12 DIC 6

der humedad hasta alcanzar el grado de humedad del aire que pasa por encima del mismo.

5. No se puede indicar de un modo general hasta donde puede llegar este secado, porque se debe tomar en consideración diversos factores, como la temperatura de almacenamiento o la actividad del catalizador de endurecimiento.

10. Según una forma de realización particularmente ventajosa, la fijación en húmedo puede ser llevada a cabo de modo sencillo y en tiempo breve, si se utiliza como fuente térmica, en vez de aire caliente que contiene más o menos vapor de agua, el propio vapor de agua. Con el empleo de vapor de agua saturado, no existe ningún riesgo de un secado local. Al operar a temperaturas más altas, por ejemplo a 110-120° bajo presión, el tiempo de fijación puede ser disminuído ampliamente, de manera que todo el proceso, incluso el tiempo de calentamiento, puede concluirse dentro de 1 a 2 horas, o bien aún mucho más rápidamente.

20. Se ha de cuidar de que al calentar el material fibroso húmedo éste recoja agua formada del vapor, sin que llegue al flujo de la solución de impregnación. Lo mejor es una amplia eliminación de la solución de impregnación en exceso por exprimido, centrifugado o aspiración.

25. El presente procedimiento puede aplicarse con todas las fibras que contienen celulosa. Resulta particularmente apropiado para el tratamiento de tejidos de algodón para lonas, géneros para cortinas de ventana, telas para sillas extensibles para playa, telas para cubrir carros, y similares que están expuestos a intensas acciones atmosféricas y para los que se exige, además de buena solidez a la luz del tejido, también una óptima resistencia mecánica y, además una buena

30.

245914



resistencia a la descomposición.

- En los ejemplos siguientes, en tanto que no se observe otra cosa, las partes significan partes en peso, la proporción entre las partes en peso y las partes en volumen es la misma que entre el kilogramo y el litro. Las temperaturas están indicadas en grados Celsius.
- 5.

E J E M P L O 1.

- Se monta un baño de impregnación que contiene 100 g de un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y unos 2 moles de formaldehído, 30 g de una pasta de pigmento, obtenida por fino molido de amarillo de cromo ($PbCrO$) con la misma cantidad de agua y un poco de lejía residual de sulfito como medio de molienda, 60 g de alginato sódico 30:1000 (pasta acuosa), 10 g de diacetato de glicerina, por litro y el resto de agua.
- 10.
- 15.

- Un tejido de algodón lavado a fondo, bien apto para absorber, es impregnado en un foulard tintóreo con el baño de tratamiento antes descrito. Después de exprimido a 185% del peso de tejido primitivo, el tejido es arrollado en húmedo y calentado sin secado previo en un envase cerrado durante 4 horas a 95° . El tejido, seguidamente es secado a unos 70° .
- 20.

- Las propiedades mecánicas y aptitud para el hinchado del tejido así tratado han quedado prácticamente invariadas, pero el tejido se ha hecho resistente a la luz del sol y al ataque bacteriano que tiene lugar en el agua.
- 25.

- Se obtiene resultados parecidos, si en lugar de 100 g de una dimetilolmelamina ilimitadamente hidrosoluble se utiliza una cantidad igual de un producto de condensación limitada-mente soluble en agua a base de 1 mol de melamina y 3 moles de formaldehído.
- 30.

245914



E J E M P L O 2.

- Se monta un baño de impregnación que contiene
- 30 g de una dispersión acuosa al 50% de un polimerizado mixto a base de 85.8 partes de acrilato de isobutilo, 9.6 partes de acrilonitrilo, y 4.6 partes de ácido acrílico,
 - 5. 60 g de una mezcla homogeneizada a base de 33 partes de la dispersión antes mencionada, 1 parte de trietanolamina, 4.8 partes de aceite rojo turco, 4 partes de agua y 17.2 partes de un éter alílico esterificado con ácido graso de soja de la hexametilolmelamina,
 - 10. 100 g de un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y unos 2 moles de formaldehído,
 - 30 g de una pasta de pigmento, obtenida por fino molido de verde al óxido de cromo (Cr_2O_3) con la misma cantidad de agua y algo de lejía residual de sulfito como medio de trituración,
 - 15. 60 g de alginato sódico 30:1000 (pasta acuosa), y 10 g de diacetato de glicerina,
 - 20. por litro.

La impregnación de tejido de algodón y el endurecimiento tienen lugar como se describe en el ejemplo 1.

- 25. Se obtiene una coloración de pigmento de excelente solidez al frote; los tejidos de algodón tratados presentan una excelente solidez a la intemperie y están protegidos a la vez de modo duradero contra el ataque de microorganismos, como lo demuestran las siguientes cifras de resistencia a la rotura

245914

12 DE



	no expuesto a la intemperie		expuesto a la intemperie durante 3 meses		expuesto a la intemperie durante 11 meses	
	tel quel	después de acción destructiva de la tierra	tel quel	después de acción destructiva de la tierra	tel quel	después de acción destructiva de la tierra
no tratado	21.2	0	16.2	0	10.6	0
tratado según el ejemplo	22.3	21.0	23.2	23.6	22.6	22.8

Si se utiliza, en el ejemplo anterior, en lugar de 30 g de la pasta de pigmento, solamente 15 g, entonces se obtiene buenos resultados similares.

E J E M P L O 3.

5. Se monta un baño de impregnación que contiene 50 g de la emulsión de aglutinante descrita más adelante, 100 g de un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y unos 2 moles de formaldehído, 30 g de una pasta de pigmento obtenida por fino molido de 1 parte de óxido de cromo y 1 parte de carbonato de cobre básico con 2 partes de agua y algo de lejía residual de sulfito como medio de trituración, 50 g de tragacanto 60:1000 (pasta acuosa puesta débilmente amoniacal), 10 g de diacetato de glicerina, por litro y el resto de agua.
- 10.
15. La emulsión de enlace utilizada ha sido preparada como sigue:
 1000 partes de una solución en alcohol butílico que presenta un contenido seco de aproximadamente 75% de un producto de condensación de formaldehído y melamina eterificado con n-butanol, sólo limitadamente soluble en hidrocarburos de ben-
- 20.



cina, son tratadas en total 5 veces con 2000 partes de agua cada vez, haciendo subir al efecto la temperatura del agua paulatinamente de 50 a 80°.

5. Después de la última decantación se obtiene 1000 partes de una masa viscosa en frío resinosa-tenaz que es prácticamente libre de butanol no enlazado y que contiene 20.8% de agua en forma de gotas finas.

10. 252 partes de la masa resinosa antes descrita, extraída con agua, son disueltas en 300 partes de ftalato de dioctilo, a cuyo efecto se obtiene una solución siruposa, turbia por el agua contenida en la misma. Esta es emulsionada en una solución de 50 partes de un emulgente que ha sido obtenido por acumulación de 200 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol hidroabietílico y subsiguiente transposición de este producto de
15. acumulación con 1% de 1,6-diisocianato de hexametileno, en 398 partes de agua, y al final homogeneizada finamente. Se obtiene 1000 partes de una emulsión viscosa estable.

20. 400 partes de esta emulsión son mezcladas con 200 partes de una solución al 50% del emulgente, consistente en 73% del producto de acumulación de 100 moles de óxido de etileno a un mol de alcohol hidroabietílico y 27% de un producto que ha sido obtenido por transposición de este producto de acumulación con 6% de 4,4'-diisocianato de difenilmetano, 360 partes de una emulsión de cloruro de polivinilo al 55% altamente dispersa y 40 partes de agua; se obtiene 1000 partes de una emulsión
25. estable, viscosa y tenaz que en el presente ejemplo ha sido utilizada como agente de unión ulterior.

La impregnación de tejido de algodón y el endurecimiento tienen lugar del modo descrito en el ejemplo 1.

30. Se obtiene una coloración de pigmento de buena solidez al frote; los tejidos de algodón tratados presentan una excelen-

245914

12



.14.

te solidez a la intemperie, estando simultáneamente protegidos de modo duradero contra el ataque de microorganismos.

En vez de diacetato de glicerina, también puede ser utilizado otro catalizador de endurecimiento, mencionado en la introducción.

5.

EJEMPLO 4.

Se monta un baño de impregnación que contiene
110 g de un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y 2 moles de formaldehído,
10.

60 g de una dispersión al 50% de un polimerizado mixto a base de 60 partes de acrilato de isobutilo, 35 partes de cloruro de vinilideno, y 6 partes de ácido acrílico,

2.5 g de trietanolamina,

15.

15 g de una pasta de óxido de cromo al 50%,

60 g de un espesante de alginato sódico 30:1000, y

10 g de diacetato de glicerina,

por litro.

La impregnación y fijación tiene lugar tal como está descrito en el ejemplo 1. Seguidamente tiene lugar un tratamiento posterior con un baño de impregnación que contiene
20.

50 g de un producto de condensación a base de 1 mol de hexametilolmelamina-éter hexametílico, 2 moles de ácido esteárico y 1 mol de diestereato de glicerina en forma dispersada,
25.

12.5 g de ácido acético al 40%,

2.5 g de sulfato de aluminio cristalizado,

por litro.

La impregnación se efectúa en el foulard a 60-70°; después de exprimido y secado es endurecido a 150° durante 5 minu-
30.

245914



12 DIC 1952

tos.

En virtud del tratamiento posterior, el tejido recibe aun adicionalmente un apresto hidrorrepelente.

5. En lugar de los 15 g/l de pasta de óxido de cromo, se puede utilizar, asimismo, 53 g de una pasta de cromato de cadmio al 28.5%.

E J E M P L O 5.

Se prepara un baño de impregnación que contiene

- 10. 130 g de un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y 2 moles de formaldehído,
- 15. 30 g de una dispersión al 50% de un polimerizado mixto a base de 60 partes de acrilato de isobutilo, 35 partes de cloruro de vinilideno, y 5 partes de ácido acrílico,
- 15. 60 g de una mezcla homogeneizada de 30 partes de la mencionada dispersión de polimerizado, 18 partes de éter butílico de hexametilolmelamina, 4.8 partes de aceite rojo turco, 10.2 partes de trietanolmelamina, 7 partes de agua,
- 20. 2.5 g de trietanolamina,
- 15 g de una pasta de óxido de cromo al 50%,
- 60 g de espesante de alginato sódico 30:1000, y
- 10 g de diacetato de glicerina,

por litro.

25. La impregnación y fijación tienen lugar como está descrito en el ejemplo 1.

El tejido protegido de esta manera contra la luz y descomposición, puede ser tratado posteriormente del modo descrito en el ejemplo 4, haciéndolo de esta manera hidrorrepelente.

30.

= . =



12 D

245914

N O T A

Descrito el invento, se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas núms. 53 759 del 13 de Diciembre de 1.957 y 64 625 del 3 de Octubre de 1.958, existiendo en ambas unidad de invención:

- 5. 1. Procedimiento para proteger material fibroso que contiene celulosa, contra la intemperie así como particularmente contra la luz solar, por fijación de pigmentos que producen un efecto protector contra la luz, sobre la fibra mediante aminoplastos endurecibles, por lo menos limitadamente solubles, en agua, c a r a c t e r i z a d o porque se trata el material fibroso en presencia de los pigmentos indicados con un líquido de impregnación en el que está dispersado dicho aminoplasto, y porque después de la impregnación del material fibroso y de la eliminación mecánica del líquido de impregnación en exceso, los aminoplastos son transformados en y sobre las fibras en el estado insoluble en agua, sin que el agua que procede del líquido de impregnación y retenida por las fibras sea totalmente secada hasta que quede concluída la condensación de la resina, de manera que la condensación tiene lugar en presencia de agua.
- 10.
- 15.
- 20. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se utiliza como pigmentos pantalla contra la luz pigmentos inorgánicos que contienen cromo.
- 25. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se utiliza para la impregnación una solución acuosa del aminoplasto.



245914

12 DIC

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se adiciona al líquido de impregnación todavía un acelerante de reacción.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se utiliza como acelerante de reacción un ácido.
6. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se utiliza ésteres hidrolizables de alcoholes polivalentes o de ácidos polivalentes a temperatura aumentada como aceleradores de reacción.
10. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se recurre para la impregnación a un producto de condensación de formaldehído-melamina.
15. 8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque se utiliza para la impregnación un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y 2 a 3 moles de formaldehído.
20. 9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque se lleva a cabo la transformación del aminoplasto en el estado insoluble en agua a temperatura ambiente.
20. 10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque se lleva a cabo la transformación del aminoplasto en el estado insoluble en agua a temperatura aumentada.
25. 11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque para la transformación del aminoplasto en el estado insoluble en agua se utiliza como fuente térmica principal vapor de agua directo, eventualmente a presión.
30. 12. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque se utiliza para la impregnación, además, dispersiones y/o emulsiones de polimerizados flexibles y elás-

245914



ticos de aminoplastos endurecibles, insolubles en agua pero solubles en disolventes orgánicos.

- 13. Procedimiento para proteger material fibroso que contiene celulosa contra las influencias del tiempo, particularmente contra la luz solar.
- 5.

Según se describe y reivindica en la presente memoria, la cual consta de dieciocho hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 12 de Diciembre de 1.958.

- 10. CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

JAME ISERN MIRALLES