

AÑO

Expediente núm.



248573

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE **INVENCIÓN**

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** **INVENCIÓN** por 20 años, en España

a favor de

CIBA SOCIETE ANONYME, de nacionalidad

suiza domiciliado en BASILEA (Suiza)

calle de núm.

por:

« **PROCEDIMIENTO PARA LA MODIFICACION DE LAS PROPIEDADES DE
LOS MATERIALES FIBROSOS** »

Nº 13705

Agente Sr. JAIMÉ ISERN MIRALLES



248575

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA MODIFICACION DE LAS PROPIEDADES DE
LOS MATERIALES FIBROSOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIE
TE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento
para la modificación de las propiedades de los materiales fi-
brosos.

5. Se ha descubierto que pueden influirse en sentido favo-
rable las propiedades de las materias fibrosas que contienen gru-
pos hidroxilo - como por ejemplo la capacidad de imbibición, la
afinidad a diversos aprestos mejorantes, la inmunidad a ciertos
parásitos y en particular la resistencia a la putrefacción - si
se acilan dichas materias con sales hidrosolubles de 2,4-dihalo-
10. geno-6-oxil-1,3,5-triazinas.



248575

9 ABR 6

5. En calidad de materias fibrosas que contienen grupos hidroxilo son aplicables para el procedimiento que aquí se expone los materiales polihidroxilados de estructura fibrosa. Además de las fibras naturales, como el algodón, el cáñamo, el lino, el yute y la celulosa, pueden emplearse también fibras regeneradas, como la viscosa, o sintéticas, como las fibras de alcohol de polivinilo.

10. En calidad de sales hidrosolubles de 2,4-dihalógeno-6-oxi-1,3,5-triazinas merecen mención ante todo las sales alcali notérrreas y en particular las sales alcalinas como la sal magnésica, cálcica, lítica, potásica y sódica de la 2,4-dicloro-6-oxi-1,3,5-triazina (biclورو de tricianógeno). Estas sales se emplean convenientemente en forma de sus soluciones acuosas. Ta
15. les soluciones permanecen mucho tiempo estables y pueden prepararse, por ejemplo, haciendo reaccionar 2,4-6-trihalógeno-1,3,5-triazinas, en medio acuoso por ejemplo, con sales hidrosolubles de ácidos o hidróxidos débiles o bien óxidos de metales alcalino-térreos o en particular de metales alcalinos.

20. La reacción a que se refiere este invento de las materias fibrosas mencionadas con las sales igualmente mencionadas se efectúa convenientemente en medio acuoso puro u orgánico-acuoso en presencia de agentes fijadores de ácido (eventualmente con adición de electrólitos como el cloruro o el sulfato sódico o de no electrólitos como la urea), por ejemplo en presencia de hidróxi-
25. dos alcalinos, carbonatos metálicoalcalinos, bicarbonatos metálicoalcalinos o agentes amortiguadores. Así, por ejemplo, la celulosa impregnada con una solución acuosa de una sal metálicoalcalina del bicloruro de tricianógeno puede vaporizarse o someterse a la acción del calor seco en presencia de álcali. También
30. es posible hacer reaccionar sin aportación de calor, eventual-



248575

mente con rotación y de preferencia en estado húmedo, la celulosa impregnada con una solución acuosa, alcalina, por ejemplo una solución alcalicarbonatada de una sal alcalina de la 2,4-dicloro-6-oxitriazina, durante largo tiempo, hasta que la reacción con la fibra esté terminada. Luego se enjuaga a fondo con agua el género tratado de este modo. La impregnación de las materias fibrosas puede efectuarse también en dos etapas, por ejemplo aplicando a las fibras y dejando reaccionar sobre ellas por separado soluciones de las sales mencionadas, necesarias para la acilación, de bihalogenuro de triclorógeno y de los agentes fijadores de ácido.

Los materiales fibrosos acilados de este modo, que presentan radicales de triazina enlazados químicamente, muestran propiedades completamente distintas a las de las fibras no aciladas. Así, por ejemplo, la resistencia del algodón a la putrefacción se acrecenta notablemente con este método, mientras que el coeficiente de imbibición de la lana celulósica, por ejemplo, disminuye. En particular, los tejidos a base de fibras de celulosa aciladas de este modo muestran una buena resistencia al arrugamiento en estado húmedo. Por consiguiente se prestan para la confección de artículos que no han de plancharse (no-iron).

En los ejemplos que se dan a continuación, se entiende por "partes", en tanto no se indique otra cosa, partes en peso, mientras los porcentajes significan porcentajes en peso. Las temperaturas están registradas en grados Celsius.

E J E M P L O 1.

A una solución de 80 partes de sal sódica de bicloruro de triclorógeno en 800 partes de agua se agregan 200 partes de urea y 20 partes de bicarbonato sódico y se impregna con ello un tejido de algodón, se le exprime hasta el 75 % de aumento de pe-



248575

so y se seca. Seguidamente se somete el tejido durante 5 minutos a un calor seco de 140°C y se le lava con agua fría y caliente.

Si se trata durante una hora a 80°C, en lugar de durante 5 minutos a 140°C como se ha indicado antes, se obtiene el mismo buen resultado.

5.

Se determinó el contenido de cloro y de nitrógeno del algodón modificado de este modo. El análisis dió los siguientes resultados

Cl 0,56 %

N 0,80 %

10.

Si en lugar de la sal sódica antes indicada se emplea la sal lítica, potásica, magnésica o cálcica de la oxidiclorotriazina (bicloruro de triclanógeno) y en lo demás se procede tal como se ha descrito, se obtienen resultados semejantes.

15.

Las mencionadas sales hidrosolubles de oxidiclorotriazina pueden prepararse como sigue:

a) Sal sódica

Se suspenden en 2000 partes de agua 185 partes de cloruro de triclanógeno finamente pulverizado y se mezclan con 200 partes de carbonato sódico. Se agita la mezcla, primeramente con refrigeración por hielo durante 2 a 3 horas y luego a la temperatura ambiente durante 6 a 8 horas más. Se obtiene una solución a la que se libra por filtración de un poco de residuo insoluble. La solución límpida que así se obtiene contiene la sal sódica de la 2-oxi-4,6-dicloro-1,3,5-triazina y presenta un p^H de 7,5 a 8. El rendimiento es poco más o menos cuantitativo. La solución de sal sódica de la oxidiclorotriazina es estable durante muchísimo tiempo a la temperatura ambiente.

25.

b) Sal potásica

Se disuelven 185 partes de cloruro de triclanógeno en 500 partes de acetona y se vierte la solución, agitando bien, en

30.



248575

2000 partes de agua helada. A la suspensión fina que así se obtiene se hacen afluir lentamente, a temperatura de 0 a 5°C, unos 200 volúmenes de solución 10n de hidróxido potásico de manera que el p^H de la mezcla se mantenga entre 9 y 11. Se forma una solución prácticamente límpida de la sal potásica de la 2-oxi-4,6-diclorotriazina. El rendimiento es casi cuantitativo.

5. c) Sal lítica

Se disuelven 37 partes de cloruro de triclorógeno en 100 partes de acetona y se vierte la solución, agitando, en una mezcla de 300 partes de hielo y 300 partes de agua. A esta suspensión se diseminan 18 partes de carbonato lítico. Se agita la mezcla durante 2 a 4 horas con enfriamiento por hielo y luego durante 4 a 6 horas a temperatura de 10 a 15°C y se filtra. El filtrado contiene la sal lítica de la 2-oxi-4,6-dicloro-1,3,5-triazina. El rendimiento es del 95% de la teoría. En tanto presente una reacción ligeramente alcalina, la solución se mantiene mucho tiempo estable sin descomposición digna de mención.

15. d) Sal cálcica y sal magnésica

A una suspensión acuoso-acetónica de 37 partes de cloruro de triclorógeno obtenida según los datos del párrafo c) se agregan 22 partes de carbonato cálcico; se agita enérgicamente durante 2 horas a temperatura de 0 a 5°C y luego durante algunas horas más a la temperatura ambiente. Por filtración se libra a la solución de un pequeño residuo no disuelto. La solución contiene la sal cálcica de la 2-oxi-4,6-dicloro-1,3,5-triazina. El rendimiento alcanza más del 90% de la teoría.

25. Si en lugar del carbonato cálcico se emplean 24 partes de carbonato magnésico anhidro, se obtiene, con un rendimiento de 90%, la sal magnésica de la 2-oxi-4,6-dicloro-1,3,5-triazina en forma de una solución acuosa.

30.

E9 AB



248575

Todas estas señales pueden obtenerse en forma seca de modo conveniente evaporando en vacío a la temperatura más baja posible las soluciones acuosas obtenidas conforme a las indicaciones de los párrafos a) a d).

5. EJEMPLO 2.

10. A una solución de 100 partes de la sal sódica de bicloruro de triclanógeno en 1000 partes de agua se agregan 20 partes de carbonato sódico y con esta solución se impregna un hilo de lana celulósica; se centrifuga hasta 100% de aumento de peso, se seca, se vaporiza durante 5 minutos a 100°C y a continuación se lava a fondo con agua fría y caliente.

La lana celulósica presenta, en lugar de 90% de imbibición, un coeficiente de 50% (del peso en seco de la fibra).

EJEMPLO 3.

15. Se trata, de acuerdo a lo descrito en el ejemplo 1, un tejido de algodón mercerizado con una solución de la sal sódica de bicloruro de triclanógeno.

20. Sometiendo el tejido así tratado a una prueba de putrefacción en tierra, se comprueba que no es atacado, mientras la muestra de comparación, no tratada, queda destruída.

EJEMPLO 4.

25. Se impregna un tejido de algodón en una solución de 50 partes de la sal sódica de bicloruro de triclanógeno en 1000 partes de agua y se seca. A continuación se impregna de nuevo en una solución de 10 partes de hidróxido sódico y 300 partes de cloruro sódico, se vaporiza durante 60 segundos a 100°C, se enjuaga con agua caliente y fría y se seca.

EJEMPLO 5.

30. A una solución de 50 partes de sal sódica de bicloruro de triclanógeno en 950 partes de agua se agregan 50 partes de



248575

lejía de sosa 10n y se impregna con esta solución un tejido de viscosa.

Se mantiene el tejido durante 24 horas en estado húmedo a la temperatura de la habitación, se lava luego a fondo con agua y se seca.

5.

EJEMPLO 6.

Se muelen 100 partes de celulosa de sulfito blanqueada y se suspenden en 500 partes de una solución acuosa al 10% de la sal sódica de bicloruro de triclanógeno. Cuando la celulosa está bien embebida, se introducen 50 g de carbonato potásico, se agita bien la masa, se filtra luego por un nuche o filtro de succión, se seca y se vaporiza a 100°C durante 10 minutos.

10.

Con esta celulosa puede fabricarse de la manera ordinaria un papel, eventualmente con adición de otras materias como, por ejemplo, colorantes.

15.

EJEMPLO 7.

Se disuelven en agua 126 partes de sal sódica de bicloruro de triclanógeno de manera que se originen 1000 volúmenes de solución. A ésta se agregan 75 partes de carbonato sódico anhidro. Se impregna con la solución así obtenida un tejido de algodón, se le seca, se le vaporiza durante 3 minutos, se le enjuaga con agua fría y luego con agua caliente y por último se le vuelve a secar.

20.

La prueba de un tejido así tratado, efectuada en tierra de estiércol a 30°C para comprobar la putrefacción en tierra, no reveló al cabo de 14 días ninguna destrucción visible del tejido, mientras el tejido no tratado quedó destruido.

25.

EJEMPLO 8.

Se procede a tenor del ejemplo 7, pero se agregan además a la solución impregnadora 200 partes de urea y se endurece a se-

30.

248575

9 A



quedad a 140°C durante 5 minutos en vez de vaporizar.

Un tejido así tratado se presentó todavía intacto al cabo de 14 días en la prueba de putrefacción en tierra, efectuada en mantillo de estiércol a 30°C.

5. EJEMPLO 9.

10. Un tejido de algodón blanqueado, con un peso de unos 150 g/m², se impregna con una solución acuosa que contiene en 1000 volúmenes 100 partes de sal sódica de bicloruro de triclorógeno, 50 partes de carbonato sódico anhidro y 100 partes de urea, pasándolo dos veces por el fular. La absorción de líquido, calculada con relación al material fibroso seco, ha de ser del 70%. Se seca luego el tejido a 80°C en estado exento de pliegues y a continuación se fija térmicamente durante 3 minutos a temperatura de 160 a 170°C. Hecho esto se lava el tejido, extendido, a 15. 90°C durante 10 minutos en una solución que contiene en 1000 volúmenes 5 partes de carbonato sódico anhidro y 2 partes de un detergente sintético. Se enjuaga el tejido hasta eximirlo de álcali y se le seca. El tejido así tratado muestra, en comparación con el tejido no tratado, una capacidad mucho mejor de desarrugamiento y una clara mejora del ángulo de arrugamiento en húmedo. 20.

25. La prueba de la capacidad de desarrugamiento en húmedo se efectuó con una colada hirviente con una solución que contenía por litro 5 g de jabón y 2 g de carbonato sódico anhidro, aplicada durante 30 minutos, al mismo tiempo que se le abatanó vigorosamente con un tarugo de colada. Después de enjuagar para eliminar el álcali y de dejar secar el tejido colgado al aire libre, se le halló ampliamente exento de arrugas.

30. Si se procede según la prescripción anterior, pero empleando solamente la mitad de la cantidad de productos químicos por litro, la capacidad de desarrugamiento en húmedo resulta muy



248575

poco menor.

El ángulo de arrugamiento en húmedo, medio según el método indicado en "Melliands Textilberichten", año 37, página 964 (1956), de 10 muestras individuales por ensayo, dió el siguiente cuadro:

5.

	<u>Angulo de abertura</u>
no tratado	81°C
apresto como se describe arriba, lavado posteriormente	101°C
10. apresto como se describe arriba, lavado posteriormente y hervido 30 minutos con jabón y carbonato sódico	98°C

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser llevada a la práctica en otras formas de realización que la indicada a título de ejemplo en la descripción, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, construirse en cualquier forma y tamaño, empleando para su fabricación los materiales más adecuados a cada caso, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.

15.

= . =

N O T A

Hecha la descripción del presente invento se declara como nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas números 58 134 de 10 de Abril de 1958, y 70 616 de 10 de Marzo de 1959, existiendo en ambas unidad de invención.

20.

1. Procedimiento para la modificación de las propiedades de los materiales fibrosos, caracterizado por el hecho de aci

25.

248575 9 ABR.



lar con sales hidrosolubles de 2,4-dihalógeno-6-oxi-1,3,5-triazinas materias fibrosas que presentan grupos hidroxilo.

2. Procedimiento en conformidad con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de efectuar la acilación en medio acuoso y en presencia de un agente fijador de ácido.

5.

3. Procedimiento en conformidad con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de emplear sales alcalino-térreas o alcalinas de la 2,4-dicloro-6-oxi-1,3,5-triazina.

10.

4. Procedimiento en conformidad con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de acilar fibras de celulosa.

5. Procedimiento en conformidad con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por el hecho de que las materias fibrosas impregnadas con soluciones acuosas de sales alcalinas de la 2,4-dicloro-6-oxi-1,3,5-triazina se vaporizan o se someten a un tratamiento con calor seco en presencia de álcali y eventualmente en presencia de urea.

15.

6. Procedimiento para la modificación de las propiedades de los materiales fibrosos.

20.

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

Madrid, a 9 de Abril de 1959

CIBA SOCIETE ANONYME

25.

p. a.

JOSÉ IGNACIO VILA LIZ

SB/rs.