



25

265233

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

por "PROCEDIMIENTO PARA EL ENNOBLECIMIENTO DE MATERIAL FIBRO-
SO QUE CONTIENE CELULOSA", a favor de la firma suiza CIBA
SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es conocido que se puede proteger material fibroso que contiene celulosa contra la invasión por microorganismos y contra las influencias de la intemperie, impregnando el material fibroso con aminoplastos endurecibles, y transformando los aminoplastos en el estado insoluble, sin eliminar completamente el agua del líquido de impregnación mediante secado hasta que quede terminada la condensación resinosa. A diferencia de la fijación térmica usual después de haber tenido lugar el secado (endurecimiento en seco), la fijación descrita en presencia de agua es designada como fijación en

5.

10.



25 100
265233

húmedo.

La fijación en húmedo hasta el presente se llevaba a cabo de modo que el material fibroso, después de efectuada la impregnación era almacenado con un baño conteniendo el aminoplasto y un acelerador reaccional ácido, o bien potencialmente, ácido, durante un tiempo prolongado a temperatura ordinaria o aumentada, eventualmente bajo circulación de aire, con o sin secado parcial del agua presente.

10. Mientras que al operar con ácido libre se oponía una estabilidad demasiado reducida de los baños de tratamiento, la aplicación de los catalizadores usuales potencialmente ácidos de efecto lento, conducía al flujo de la solución de impregnación y a la migración de la resina durante la fijación en húmedo. Para un tratamiento continuo eran demasiado

15. largos los tiempos de fijación necesarios al operar con los usuales catalizadores potencialmente ácidos, de modo que se podría obtener resultados utilizables en una modalidad semi-continua solo en equipos de aparatos especiales que están equipados de cámaras de permanencia (por ejemplo Pad Roll).

20. Ahora bien, se ha encontrado que se puede ennoblecer material fibroso que contiene celulosa, de una manera particularmente ventajosa, si se utiliza en baño de impregnación que contiene

25. a) un aminoplasto,
b) formaldehído, y
c) un oxidante dispersable en agua que en fase acuosa no presente intensa aptitud de fijar álcalis, ni intensa aptitud para fijar ácidos, y que después de la aplicación del líquido de impregnación sobre el material fibroso produce un efecto acelerador, mediante formación de productos de oxidación, en
30. la condensación del aminoplasto, y si se lleva a cabo la con-



265233

densación de la resina sobre el material fibroso en presencia de agua.

Este nuevo procedimiento puede ser llevado a cabo en los aparatos usuales en las industrias textiles y puede ser

5. desarrollado de modo continuo. Frente al empleo de ácido libre como catalizador, el presente procedimiento ofrece la ventaja de que el baño de impregnación queda estable durante

un tiempo prolongado. Frente al empleo de otros catalizadores consiste la ventaja del procedimiento según la invención 10. en la segregación de un previo condensado sobre la fibra en una fase sorprendentemente temprana de la fijación en húmedo.

Por el concepto de aminoplastos endurecibles a los que se puede recurrir para el presente procedimiento, han de entenderse resinas carbamidicas y de melamina, endurecibles

15. eventualmente eterificados, tanto ilimitadamente hidrosolubles, como asimismo limitadamente hidrosolubles, que son obtenidas de modo de por sí conocido mediante condensación

de formaldehído con compuestos, como vg, cianamida, diciandiamida, biguanida, guanidina, melamina, melam, melem, formoguanamina, acetoguanamina, urea, etilendiurea, etc, así como mezclas de tales compuestos entre sí. Resultados particularmente buenos son obtenidos con empleo de productos de condensación 20. ilimitadamente hidrosolubles a base de melamina y formaldehído, por ejemplo de un producto de condensación hidrosoluble

25. a base de 1 mol de melamina y aproximadamente 2 - 3 moles de formaldehído.

Productos de condensación limitadamente hidrosolubles son tales que son precipitados de sus soluciones acuosas concentradas mediante adición de agua. Los baños para la impregnación según la invención contienen por ejemplo un aproxima-

30.



265233²⁵

- damente 5 hasta 20% de aminoplasto, ya sea en solución o emulsión. La impregnación puede llevarse a cabo por ejemplo de modo que los aminoplastos lleguen sobre las fibras en una cantidad de un aproximadamente 3 hasta 15%, preferentemente más o menos 5 - 10%, del peso de la fibra. El material fibroso puede ser sumergido en el baño de impregnación y el líquido de impregnación excedente puede ser eliminado de modo apropiado, por ejemplo por exprimido, aspiración o centrifugado. Pero también puede ser cargado por pulverización mediante toberas nebulizadoras, o dispositivos similares, con la cantidad precisamente necesaria de líquido de impregnación. La cantidad en formaldehído necesaria en el procedimiento según el invento llega las más de las veces ya en el baño de impregnación juntamente con los aminoplastos, por ejemplo con el producto de condensación de melamina y formaldehído, puesto que los aminoplastos técnicos usualmente utilizados contiene por regla general bastantes cantidades de formaldehído. Eventualmente se adiciona al baño de impregnación un formaldehído libre.
5. Como oxidantes que son utilizados en el procedimiento según la invención, entran en consideración tales que a) son dispersables en agua; es decir que ya forman soluciones acuosas o que pueden ser dispersados en agua como suspensiones, emulsiones o dispersiones, b) no presenten intensa aptitud para fijar álcali - ni aptitud intensa para fijar ácidos y c) presentan una estabilidad suficiente para hacer posible un manejo técnico de los baños de tratamiento a temperatura ambiente, pero que, por otra parte, presentan un efecto oxidante suficiente para oxidar a temperatura aumentada, o bien con almacenamiento prolongado del material fibroso, formaldehído.
10. Como oxidantes que son utilizados en el procedimiento según la invención, entran en consideración tales que a) son dispersables en agua; es decir que ya forman soluciones acuosas o que pueden ser dispersados en agua como suspensiones, emulsiones o dispersiones, b) no presenten intensa aptitud para fijar álcali - ni aptitud intensa para fijar ácidos y c) presentan una estabilidad suficiente para hacer posible un manejo técnico de los baños de tratamiento a temperatura ambiente, pero que, por otra parte, presentan un efecto oxidante suficiente para oxidar a temperatura aumentada, o bien con almacenamiento prolongado del material fibroso, formaldehído.
15. Como oxidantes que son utilizados en el procedimiento según la invención, entran en consideración tales que a) son dispersables en agua; es decir que ya forman soluciones acuosas o que pueden ser dispersados en agua como suspensiones, emulsiones o dispersiones, b) no presenten intensa aptitud para fijar álcali - ni aptitud intensa para fijar ácidos y c) presentan una estabilidad suficiente para hacer posible un manejo técnico de los baños de tratamiento a temperatura ambiente, pero que, por otra parte, presentan un efecto oxidante suficiente para oxidar a temperatura aumentada, o bien con almacenamiento prolongado del material fibroso, formaldehído.
20. Como oxidantes que son utilizados en el procedimiento según la invención, entran en consideración tales que a) son dispersables en agua; es decir que ya forman soluciones acuosas o que pueden ser dispersados en agua como suspensiones, emulsiones o dispersiones, b) no presenten intensa aptitud para fijar álcali - ni aptitud intensa para fijar ácidos y c) presentan una estabilidad suficiente para hacer posible un manejo técnico de los baños de tratamiento a temperatura ambiente, pero que, por otra parte, presentan un efecto oxidante suficiente para oxidar a temperatura aumentada, o bien con almacenamiento prolongado del material fibroso, formaldehído.
25. Como oxidantes que son utilizados en el procedimiento según la invención, entran en consideración tales que a) son dispersables en agua; es decir que ya forman soluciones acuosas o que pueden ser dispersados en agua como suspensiones, emulsiones o dispersiones, b) no presenten intensa aptitud para fijar álcali - ni aptitud intensa para fijar ácidos y c) presentan una estabilidad suficiente para hacer posible un manejo técnico de los baños de tratamiento a temperatura ambiente, pero que, por otra parte, presentan un efecto oxidante suficiente para oxidar a temperatura aumentada, o bien con almacenamiento prolongado del material fibroso, formaldehído.
30. Como oxidantes que son utilizados en el procedimiento según la invención, entran en consideración tales que a) son dispersables en agua; es decir que ya forman soluciones acuosas o que pueden ser dispersados en agua como suspensiones, emulsiones o dispersiones, b) no presenten intensa aptitud para fijar álcali - ni aptitud intensa para fijar ácidos y c) presentan una estabilidad suficiente para hacer posible un manejo técnico de los baños de tratamiento a temperatura ambiente, pero que, por otra parte, presentan un efecto oxidante suficiente para oxidar a temperatura aumentada, o bien con almacenamiento prolongado del material fibroso, formaldehído.



265233

do en ácido fórmico.

Como oxidantes apropiados entran en consideración compuestos tanto inorgánicos, como orgánicos, por ejemplo peróxidos, en tanto que puedan ser aplicados en forma sin riesgo.

5.

Al efecto resulten particularmente apropiados compuestos inorgánicos que desprenden oxígeno. Como muy ventajoso se ha mostrado el empleo de peróxido de hidrógeno, así como de productos de acumulación del peróxido de hidrógeno a compuestos determinados inorgánicos u orgánicos, como por ejemplo "perborato" $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$, o el compuesto de adición de H_2O_2 y urea. Como oxidante apropiado ulterior hay que indicar el dióxido de cloro, o bien sus productos de acumulación estables, particularmente el producto de acumulación de ClO_2 a piridina.

10.

15.

Igualmente adecuadas para el empleo como oxidantes en el procedimiento según la invención son las sales de ácido peroximonosulfúrico, H_2SO_5 y del ácido peroxidisulfúrico, $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$, por ejemplo sus sales alcalinas, particularmente $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

20.

Convenientemente se opera en el procedimiento según la invención con concentraciones de baño relativamente elevadas, por lo cual se logra una fijación particularmente rápida sobre el material fibroso.

25.

Al llevar a cabo el procedimiento según el invento, es separada, después de la aplicación del líquido de impregnación sobre el material fibroso, ventajosamente, una parte del líquido en exceso mecánicamente del material fibroso, por ejemplo mediante exprimido o centrifugado. Además, se puede proceder de manera que se efectúa un secado previo del material fibroso a temperatura normal o ligeramente aumentada.

30.

Al llevar a cabo el procedimiento según el invento, es separada, después de la aplicación del líquido de impregnación sobre el material fibroso, ventajosamente, una parte del líquido en exceso mecánicamente del material fibroso, por ejemplo mediante exprimido o centrifugado. Además, se puede proceder de manera que se efectúa un secado previo del material fibroso a temperatura normal o ligeramente aumentada.



265233

El previo secado sirve para ajustar una humedad restante del material fibroso de un aproximadamente 20 hasta 50%.

5. La fijación en húmedo, propiamente dicha, es lograda ya sea mediante almacenamiento prolongado del material fibroso así impregnado a temperatura ambiente, o bien ligeramente aumentada ya sea mediante breve tratamiento a temperatura más alta, convenientemente en procedimiento continuo.

10. La ventaja particular del procedimiento según la invención al efecto reside en el hecho de que la fijación de la resina sobre el material fibroso tiene lugar con sorprendente rapidez y ya antes de la terminación del proceso de condensación, y que se puede evitar una migración de la resina en el material fibroso.

15. Tanto en el almacenamiento a temperatura normal o ligeramente aumentada, como asimismo en la fijación en húmedo mediante tratamiento a temperatura más alta, hay que tener cuidado de que quede evitado un secado amplio del material fibroso impregnado. En el caso citado en primer lugar ello puede ser logrado por ejemplo mediante acondicionamiento del
20. aire, aplicación de conjuntos de aparatos cerrados, o embalaje hermético al aire del material fibroso, en el caso indicado en último lugar, es decir al operar a temperaturas más altas, particularmente en el procedimiento continuo, mediante aplicación de vapor de agua, o bien vapor de agua saturado
25. como manantial térmico.

30. Hasta donde deba ir el secado parcial antes de la fijación en húmedo no se puede indicar en forma general, ya que han de ser tomados en consideración diversos factores, como efecto anhelado, temperatura de almacenamiento o actividad del oxidante.



7 285233 25

5. La duración de la fijación en húmedo depende en primera línea de la temperatura de fijación, pudiendo ser, bajo condiciones por lo demás idénticas, a 100° - 120° pocos minutos, a temperatura ambiente unos cuantos días. El nuevo procedimiento, por lo tanto, lo hace posible acortar los procesos de fijación y de endurecimiento sobre el material fibroso a temperatura aumentada de un modo muy considerable, garantizando el efecto simultáneamente una estabilidad muy buena del baño de impregnación. De esta manera son creadas las presuposiciones para una realización continua del procedimiento de fijación en húmedo y, por consiguiente, queda resuelto de una manera sorprendente un problema técnicamente muy importante.

10. Con arreglo al procedimiento según la invención es posible dotar los materiales textiles tratados de numerosas propiedades ventajosas. Así, los textiles tratados presentan por ejemplo una resistencia sorprendentemente buena estable al agua, lavado e intemperie, contra un ataque por microorganismos y resultan en alto grado sólidos a la pudredumbre.

15. Además pueden ser utilizadas juntamente en el procedimiento según la invención, aparte de los componentes a) aminoplasto, b) formaldehído libre, y c) oxidante, en el baño de impregnación, todavía substancias ulteriores; en virtud de ello pueden ser reforzados aun los efectos favorables logrados

20. con empleo de los componentes anteriores a) hasta c), o bien se puede dotar el material fibroso aun de propiedades ventajosas adicionales. Así es posible, por ejemplo utilizar juntamente en los baños de impregnación pigmentos de la naturaleza más diversa y lograr de esta manera simultáneamente con la

25. aplicación del aminoplasto en una fase operatoria también una



265233

tintura con propiedades particularmente valiosas, por ejemplo, solidez al frote y a la humedad, particularmente elevada. Además resulta posible, por ejemplo, utilizar en el baño de impregnación, juntamente con los componentes antes mencionados a), b) y c) aun pigmentos pantalladores de luz, y fijar los mismos sobre el material fibroso de modo sólido a humedad y frote, por lo cual el material fibroso es dotado todavía de una resistencia adicional contra las influencias de irradiación solar intensiva.

5. Los tejidos aprestados de esta manera se prestan eminentemente para la preparación de lonas para tiendas, toldos para canoas, etc.

10. Una forma de realización ventajosa ulterior consiste en el empleo simultáneo en el baño de impregnación de sustancias de efecto microbicida, o bien microbiostático. Así queda impedido adicionalmente a la protección del material fibroso que contiene celulosa, lograda de por si por la acumulación de aminoplasto, el desarrollo de microorganismos de cualquier clase, es decir, incluso de tales microorganismos que no atacan el material fibroso como tal. Al efecto se puede utilizar

15. los compuestos y mezclas conocidos empleados para combatir los microorganismos. El presente procedimiento puede ser aplicado con todas las fibras que contienen celulosa. Resulta particularmente apropiado para el tratamiento de material fibroso con un valor de hinchamiento de por si bajo, como celulosa nativa, preferentemente algodón. La impregnación puede

20. llevarse a cabo en una fase de elaboración cualquiera, por ejemplo sobre material a granel, tejidos, o generos de punto; el tratamiento tiene lugar preferentemente sobre tejidos.

25. En los ejemplos siguientes, las temperaturas están in-

30.



265233

dicados en grados Celsius.

EJEMPLO 1.

5. Un tejido de cretona de algodón seco, bien absorbente es impregnado a 20° en un fular, en una solución que contiene 70 g/l de un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y 2 a 3 moles de formaldehído, y 10 cc/l de peróxido de hidrógeno al 30%. El efecto de exprimido es de 70%. Seguidamente se seca previamente en un bastidor tensor a un 40% de humedad restante, y se vaporiza 10. luego en un vaporizador Mather-Flatt durante 3 minutos con vapor saturado y se seca. La resina queda fijada sólida al lavado. El tejido queda prácticamente invariado con respecto a tacto y resistencia a la rotura. No obstante es sólido a la pudredumbre, como se desprende del hecho de que la resistencia a la rotura no disminuye, si el tejido tratado queda 15. enterrado durante dos semanas en tierra de mantillo húmeda (a 30°C).

EJEMPLO 2.

20. Un tejido de rayón cortado, es impregnado en el fular con una solución que contiene en el litro 100 g de un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y de aproximadamente 2 moles de formaldehído, así como 10 ml de peróxido de hidrógeno al 30%, siendo exprimido a un 100% de aumento de peso. El tejido impregnado es secado mediante tendido al aire a temperatura ambiente a 25. un 30% de aumento de peso, referido al tejido no tratado, siendo estrechamente enrollado y embalado, herméticamente al aire, para la fijación en húmedo, en una hoja de polietileno, y mantenido durante 2 horas a 80° en una estufa. Después del enjuagado y secado el tejido presenta buena solidez a la pudredumbre, 30. así como mejoradas propiedades mecánicas, como se aprecia por los valores de la tabla I siguiente.



25

T A B L A - I

Tejido	Valor de hinchazón	Frote de calota en seco	en húmedo	Resistencia a rotura antes del ensayo de podredumbre de tierra	Después del ensayo de p. de t.
no tratado	66,9%	374	401	17,1 kg	0 kg
tratado según Ejemplo 2	38,4%	589 revo- lucio- nes	483 revo- lucio- nes	17,1 kg	17,8 kg

En el ensayo de podredumbre de tierra las pruebas de tejido han sido introducidas en tierra de mantillo húmeda a 30°C y al cabo de 2 semanas se ha medido la resistencia a la rotura de las pruebas.

E J E M P L O 3.

A) Una tira de popelina de algodón es fulardeada con una solución que contiene por litro 100 g del producto de condensación de melamina-formaldehído utilizado en el ejemplo 1 y 10 ml de peróxido de hidrógeno al 30%, exprimida a 65% de absorción de líquido, presecada a 20% de humedad restante a temperatura ambiente, embalada herméticamente al aire en una hoja de polietileno, seguidamente almacenada durante 1 hora en una estufa a 80°C. Seguidamente la tira es enjuagada durante 5 minutos con una solución acuosa de 5 ml de amoníaco por litro, luego con agua, y secada.

B) Una segunda tira es tratada exactamente de la misma manera con la diferencia de que el baño de impregnación contiene aun 45 g de una pasta de pigmento y 50 g de un fijador



2652325

de pigmentos por litro de baño. La pasta de pigmento es producida mediante trituration fina de tierra de Siena con la doble cantidad de agua y algo de lejía de sulfito como medio de trituration. El fijador de pigmentos presenta la composición siguiente:

5.

a) 180 partes de una emulsión resinosa, consistente en 8% del producto de acumulación de 15 moles de óxido de etileno a 1 mol de di-butilo-terciario-p-cresol, 60% de hexametilolmelamina altamente éterificada con butanol y 32% de agua, b) 270

10.

partes de una solución a base de 10% de un polimerizado mixto de ácido metacrílico y metiléster metacrílico (proporción cuantitativa 7:3), 9% de solución de hidróxido sódico al 30% y 81% de agua, c) 360 partes de un copolimerizado, obtenido mediante polimerización con 0,6 partes de persulfato potásico

15.

de 180 partes de isobutiléster acrílico, 105 partes de cloruro de vinilideno (1,1-dicloroetano), 5 partes de ácido acrílico en 292 partes de agua bajo adición de 9 partes de alfa-octadecansulfonato sódico, 1 parte de trietanolamina y 1 parte de isooctanol, d) 80 partes de solución de hidróxido

20.

sódico al 4%, e) 110 partes de agua, en suma = 1000 partes.

Se forma una tintura de pigmento de un pardo claro, sólida al lavado con buena solidez al frote en seco y en húmedo.

Ambas muestras A y B quedan invariables, cuando son expuestas a un ensayo de podredumbre en tierra, en tierra de mantillo húmeda a 30°C, en tanto que tejido no tratado (prueba C) enterrado al mismo tiempo es totalmente destruido. Si las pruebas tratadas A y B, así como la prueba no tratada c), son expuestas por la duración de 3 meses de verano a la intemperie, siendo medida la resistencia a la rotura antes y después del ensayo de exposición a la intemperie, entonces se obtienen los resultados siguientes:

25.

30.

265233 25



Prueba	Resistencia a la rotura en kg		
	Antes de exposición a la intemperie	Después de una exposición de 3 meses a la intemperie	Disminución en %
A	42,7	38,5	10
B	42,6	43	-
C	43,9	33,7	23,2

EJEMPLO 4.

Tejido de algodón es fulardeado con una solución que contiene por litro de baño 100 g del producto de condensación de melamina-formaldehído utilizado en el ejemplo 1, y 5 kg de persulfato potásico, exprimido a 100% de absorción de líquido, previamente secado a temperatura ambiente hasta a un 40% de humedad restante, vaporizado durante 1 hora en un aparato a presión con vapor saturado, enjuagado y secado.

El tejido tratado es sólido a la podredumbre.

10. EJEMPLO 5.

Una hoja de celulosa kraft es impregnada con una solución que contiene por litro 100 g del producto de condensación de melamina-formaldehído utilizado en el ejemplo 1, y 10 ml de peróxido de hidrógeno al 30%, es exprimida a 100% de absorción de líquido, secada a 20° hasta a un 30% de humedad restante y embalada herméticamente al aire en una hoja de polietileno, siendo almacenada durante 8 días a 20°.

La celulosa kraft así tratada es desfibrada mediante agitador rápido y utilizada para la fabricación de hojas en



2652335

espesor de cartón. Si las hojas tratadas son incorporadas en tierra de mantillo a 30° durante 4 semanas, entonces estas quedan invariables, en tanto que celulosa kraft no tratada, examinada bajo condiciones análogas, ya queda destruida al cabo de dos semanas.

5.

E J E M P L O 6.

Tejido de algodón bien humectable es fulardeado con una solución de 110 g/l del producto de condensación utilizado en el ejemplo 1, 10 ml/l de peróxido de hidrógeno al 30% a 20°C con un efecto de exprimido de 90%, y seguidamente conducido a través de un bastidor tensor. Los elementos de calefacción y la rapidez del género son ajustados de tal modo que el tejido abandona el bastidor tensor con una humedad restante de 30%, siendo enrollado. El rollo es envuelto estrechamente

10.

apretado con una hoja de plástico, herméticamente al aire, y almacenado en un armario calentable a 40°C durante un día. Seguidamente el tejido es secado. El contenido en nitrógeno de una muestra antes y después de un tratamiento durante 1/2 hora en agua hirviendo es de un 4,09%. El tejido es sólido a la podredumbre.

15.

20.

Se logra efectos similares, si se lleva a cabo el almacenamiento del material fibroso bajo las siguientes condiciones:

<u>Temperatura de almacenamiento:</u>	<u>Tiempo de almacenamiento:</u>
35°	2 días
25°	3 días
15°	5 días

E J E M P L O 7.

Tejido de algodón absorbente es fulardeado a 20°C con una solución de 200 g/l del producto de condensación utilizado

25.

26 5233



- en el ejemplo 1, así como 10 cc/l de peróxido de hidrógeno al 30%, con un efecto de exprimido de 50%, siendo seguidamente enrollado. El rollo de género es envuelto herméticamente al aire con una hoja de plástico y almacenado en un local a 20 - 25° durante una semana. Después el género es enjuagado brevemente con agua, y secado. El contenido en nitrógeno es de un 4,38% de N. Después de ebullición con 2 g/l de sosa calcinada durante 5 minutos el contenido en nitrógeno es de 4,31% de N. El tejido presenta en un ensayo de podredumbre en tierra, incluso al cabo de seis semanas, ninguna merma en resistencia a la rotura.
- 5.
- 10.

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

15.



265233

NOTA

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridades suizas núms 2156/60 del 26 de Febrero de 1960 y 14555/60 del 29 de Diciembre de 1960 existiendo en ambas unidad de invención:

5.

1. Procedimiento para el ennoblecimiento de material fibroso que contiene celulosa, mediante impregnación con líquidos que contienen aminoplasto y condensación de los aminoplastos sobre la fibra, caracterizado porque se utiliza un baño de impregnación que contiene

10.

- a) un aminoplasto,
- b) formaldehído, y
- c) un oxidante dispersable en agua que presenta en fase acuosa, ni intensa aptitud de fijar álcalis, ni intensa aptitud de fijar ácidos, y que después de la aplicación del líquido de impregnación sobre el material fibroso ahí surte efecto acelerador por la formación de productos de oxidación sobre el endurecimiento del aminoplasto, y porque se lleva a cabo la condensación de la resina sobre el material fibroso en presencia de agua.

15.

20.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material fibroso después de la impregnación es previamente secado a un contenido en líquido de 20% a 50% y porque se efectúa la condensación de la resina en presencia del agua restante, procedente de la solución de impregnación.

25.

265233



3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se lleva a cabo el procedimiento en todas las fases a temperatura ambiente o, a lo sumo, a temperatura ligeramente aumentada, preferentemente entre 15° y 45° C.
5. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se impregna el material fibroso a temperatura ambiente o a temperatura a lo sumo ligeramente aumentada con el líquido de impregnación, porque se seca previamente a un contenido en líquido de 20% a 50% y porque a continuación se lleva a cabo, a temperatura más intensamente aumentada, preferentemente entre 50° y 120° C, la terminación de condensación de la resina.
10. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se lleva a cabo la condensación de la resina mediante tratamiento del material fibroso con vapor saturado bajo presión.
15. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se utiliza en la preparación del baño de impregnación tales aminoplastos que contienen mezclado juntamente desde el proceso de preparación aun formaldehído excesivo, no combinado químicamente.
20. 7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque se adiciona al baño de impregnación formaldehído libre.
25. 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque se utiliza como aminoplasto un producto de condensación ilimitadamente hidrosoluble a base de 1 mol de melamina y 2 a 3 moles de formaldehído.
30. 9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque se utiliza como oxidante un compuesto



265233

inorgánico que desprende oxígeno.

5. 10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque se utiliza como oxidante peróxido de hidrógeno, sus productos de acumulación, particularmente a borato sódico, o a urea.

11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque se utiliza como oxidante una sal, preferentemente una sal alcalina, del ácido peroxidisulfúrico $H_2S_2O_8$, o del ácido peroximonosulfúrico H_2SO_5 .

10. 12. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8 caracterizado porque se utiliza como oxidante dióxido de cloro o un producto de acumulación del mismo, particularmente a piridina.

15. 13. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 12 caracterizado porque se utiliza como material fibroso que contiene celulosa uno tal con valor de hinchazón de por sí bajo, preferentemente algodón.

20. 14. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque se lleva a cabo el procedimiento de modo continuo.

15. 15. Procedimiento para el ennoblecimiento de material fibroso que contiene celulosa.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de diecisiete hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 25 de Febrero de 1961.

CIBA SOCIETE ANONYME.

p. a.

JAVIER BERNABÉ

P.P.

tr: jpt
R/rm.