

177535



P.- 5566.-

Nº. 43822 - Case 2418.-

HALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

11 ABR. 1947

MEMORIA DESCRIPTIVA 15 35

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 30 Rockefeller Plaza, Nueva York, N.Y. Estados Unidos de America, por :

"UN PROCEDIMIENTO DE REDUCIR LA TENDENCIA AL AFIELTRADO Y AL ENCOGIMIENTO DE LA LANA".-

Este invento se refiere al tratamiento de lana y telas que la contienen para reducir sus tendencias, al afieltrado al batanado y al encogimiento.

La lana y telas que la contienen, tal como la misma lana, hilos y telas tejidas, afieltradas y en género de punto tienen una indeseable tendencia a fieltarse y encoger



177535

cuando se someten a operaciones de lavado ordinario. La
tendencia de estos materiales de lana a afieltrarse y enco-
ger se debe en general a un rizado y entrelazamiento de las
fibras de lana cuando las telas se mojan y someten a los movi-
5. vimientos mecánicos del procedimiento de lavado.

Como resultado de esto la tela se vuelve más inti-
mamente compacta, gruesa, y tiene una superficie considera-
blemente reducida.

Se ha propuesto un número de distintos tratamientos
10 para la lana y las telas de la misma con el fin de impedir
el afieltrado y el encogimiento, pero ninguno de ellos ha
resultado totalmente satisfactorio. Algunos tratamientos
deterioran la fibra y reducen sus cualidades de uso, otros
comunican un tacto indeseable a la tela y algunos no son
15 eficaces permanentemente y hasta pueden determinar un aumen-
to final de encogimiento. Otros procedimientos a prueba
de encogimiento son de difícil aplicación con uniformidad y
suponen peligros para los obreros dedicados a su aplicación.

Según el presente invento se ha descubierto que
20 la lana y telas que la contienen tales como lana sin tejer,
hilos, estambres, franelas, mantas, telas de camisería, fieltros,
géneros de punto y otros, tanto si son todos de lana
como parte de lana y parte de seda, seda sintética, rayón,
algodón, etc, pueden hacerse considerablemente resistentes
25 al afieltrado, al batanado y al encogimiento aplicándoles
melaminas de metilol alkiladas como las que luego se descri-
biran. El nuevo procedimiento a prueba de encogimiento
puede realizarse de manera segura, barata, conveniente y



177535

eficaz sin ninguna de las desventajas de los procedimientos hasta ahora conocidos.

5 Las melaminas de metilol alquiladas que se emplean en el presente proceso contra el encogimiento se aplican a los géneros de lana en forma de soluciones de dispersiones que contienen aproximadamente de 2 o 3% a 15% o más de melamina de metilol alquilada. Es preferible emplear agua como agente de dispersión, pero como algunas de las melami-
10 nas de metilol alquiladas mas altas son difícilmente dispersables en agua, en tales casos es necesario dispersar estas resinas con ayuda de disolventes tales como alcohol. La melamina de metilol butilada empleada en este invento, por ejemplo, era dispersable a un contenido de solidos de resina de un 10% aproximadamente en una solución al 50%
15 de alcohol etílico y agua. Los alquilados mas altos requieren una mayor proporción de alcohol.

Las dispersiones de melaminas de metilo alquiladas pueden aplicarse a las telas de lana de diversos modos conocidas por los profesionales. La tela a tratar se limpia
20 primero a fondo para quitarle grasas y aceites etc.. La tela seca se sumerge luego en la dispersión de resina y se pasa por rodillos adecuados como en una prensa o una calandria para asegurar la imregnación uniforme y para quitar el exceso de resina. Pero la tela puede imregnarse por
25 otros procedimientos, por ejemplo, por pulverización o con cajas adecuadas dispuestas en la calandria. Como éste invento no se limita a ningún procedimiento particular de impregnar la tela que contiene lana, otros métodos se les



177535

ocurrirán a los profesionales. Como el método a prueba de encogimiento de tratar las telas de lana con melamina de metilol alquilada tiene su máxima eficacia y economía dentro del campo de un 5% a un 15% aproximadamente de resina referido al peso seco de la tela, la toma de líquido debe regularse correspondientemente.

Una vez que la lana se ha impregnado con la dispersión de la melamina de metilol alquilada se seca y la resina se cura in situ aplicando temperatura elevada. Para acelerar el curado de la resina y disminuir el tiempo de calentamiento puede añadirse un catalizador adecuado a la dispersión de resina. Estos catalizadores son conocidos de los químicos en la técnica de las resinas. En este invento se han usado con resultados especialmente buenos el ácido oxálico el fosfato de hidrógeno y diamonio y el pirofosfato de ácido metílico. También se han usado con satisfactorios resultados otros catalizadores tales como ftalato de trietanolamina, cloruro de zinc, ácido acético, ácidos minerales diluidos, como HCl y otros.

Las temperaturas de curado pueden variar considerablemente desde unos 93°C. a unos 149°C. con la correspondiente reducción en el tiempo de curado aumentando la temperatura. Pero la operación de curado es muy flexible y puede variarse para acomodarse al equipo disponible para el procedimiento, o cuando las posibilidades no permiten que las temperaturas de desecación y curado rebasen los 110°C. aproximadamente, la tela, después de la impregnación con la deseada melamina de metilol alquilada, puede ponerse en un



177535

bastidor a su anchura, secarse, apilarse en la camisa y dejarse reposar en caliente para obtener un tiempo total de desecación y calentamiento de por lo menos 45 minutos a 110°C. Cuando se dispone de temperaturas de 121 a 126°C pueden obtenerse buenos resultados por desecación en el bastidor durante 8 minutos de 121 a 126°C, y luego haciendo pasar la tela por el secador por segunda vez durante 8 minutos a 126°C. Otro procedimiento de desecación y curado que ha dado buenos resultados es secar la tela impregnada en el bastidor durante 8 minutos a 93°C a 149°C y luego pasandola por un bastidor o secador de lazo con lo cual la tela recibirá tratamiento térmico de 1 a 1 1/2 minutos a 149°C. Los tiempos de curado y desecación también dependerán en cierta medida de la eficacia del acelerador particular de curado que se emplee y de la naturaleza de la tela.

Una vez que la tela de lana se ha tratado como arriba se describe se le debe dar una enjabonadura corta y suave antes del acabado para hacerla suave y flexible. Luego se puede dar a la tela los tratamientos de acabado habituales tales como desapresto, cepillado, tuzido, prensado etc.

El procedimiento puede emplearse con géneros de color lo mismo que con blancos, sin afectar apreciablemente a los colores de matices y sin deterioro del material. Los ensayos hechos en muchas telas de lana que contenían diversos matices de colores ácidos y de cromo, indican que el procedimiento contra el encogimiento con melamina de metilol alquilada de este invento no afecta al matiz de la lana teñida. También en presencia de cromo de fondo el metacromo, o cromo

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



177535

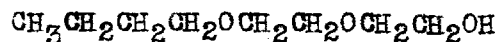
5 de la parte superior no parece afectar al control de enco-
gimiento obtenido. También se ha comprobado que el procedi-
miento a prueba de encogimiento no tiene efecto nocivo sobre
la resistencia a la luz de las telas de lana tejidas. La
10 aplicación de melaminas de metilol alquiladas según este pro-
cedimiento aumenta manifiestamente la fuerza tensil de la
lana, el hilo, o la tela y no se observó pérdida de fuerza
que sirviera a ensayos de envejecimiento acelerados. Las
melaminas de metilol alquiladas, adecuadas para su uso en el
15 procedimiento son con preferencia dispersables en agua, o
como antes se ha dicho pueden dispersarse con ayuda de un
disolvente, para que puedan aplicarse con uniformidad y
económicamente a la tela. Aunque las diversas melaminas
de metilol alquiladas pueden prepararse por distintos proce-
20 dimientos es preferible prepararlas obteniendo primero mela-
mina de metilol, que es un producto de la condensación de
melamina con formaldehído y luego haciendo reaccionar este
producto con un alcohol primario. Ordinariamente, el pro-
ducto de condensación de melamina y formaldehído se hace
25 reaccionar con alcohol metílico obteniendo así melamina de
metilol metilada, que es fácilmente dispersable en agua y
es la melamina de metilol alquilada preferida de este inven-
to.

Pueden prepararse otros varios productos de conden-
25 sación de melamina y formaldehído alquilados de manera análo-
ga o haciendo reaccionar la melamina de metilol alquilada
con otros alcoholes primarios y obteniendo por intercambio
el producto alquilado deseado. Otros alcoholes alquilantes



177535

5 incluyen el etílico, el propílico, el butílico, el amílico, el octílico, el laurílico, el glicol de etileno, el glicol de dietileno, el glicol de propileno y los éteres glicólicos conocidos en el comercio por "carbittoles", siendo estos, por ejemplo, el éter monobutílico de glicol dietilénico



glicerol, pentaeritritol, etc.

10 Los productos de condensación de melamina y formaldehído alquilados empleados en este invento para el tratamiento de lana y telas que la contengan para impedir su afieltrado, batanado y encogimiento se preparan por procedimientos conocidos. El producto de condensación de melamina-formaldehído que se prefiere alquilar, se prepara haciendo reaccionar 2-6 moles de formaldehído con 1 mol de melamina. El
15 producto de condensación formado se cree ser principalmente melamina de metilol. Aunque teóricamente es posible hacer reaccionar 6 moles de formaldehído con 1 mol de melamina, este grado de reacción no siempre se alcanza por la excesiva polimerización de la mezcla de reacción. Debe evitarse
20 la polimerización excesiva porque tales productos al usarlos tienden a hacer la tela rígida y acartonada.

25 Cuando se preparan las diversas melaminas de metilol alquiladas que hemos descrito, es preferible preparar primero la melamina de metilol metilada y luego, si se desea obtener alguna otra melamina de metilol alquilada para hacer reaccionar el producto metilado con un alcohol alifático primario y por un procedimiento de intercambio obtener el producto alquilado correspondiente al alcohol reaccionado



177535

con la melamina de metilol metilada. Este procedimiento se ilustra en el siguiente ejemplo:

960 partes de peso de formalina (37% de peso OH_2O) y 252 partes de peso de melamina, se pusieron en un recipiente de reacción provisto de un agitador, termómetro y condensador de reflujo y dispuesto de manera que podía ponerse al vacío y calentarse. El contenido del recipiente de reacción se calentó durante 1/2 hora a temperatura de 62°C. y el pH se reguló a 7.5 con NaOH 2 normal. Después de calentar durante 1/2 hora más se aplicó un vacío de 711 mm. de mercurio y la mezcla se concentró quitando agua. Al cabo de 40 minutos de calentamiento a unos 54°C se quitaron el calor y el vacío y se añadieron 1.000 partes de peso de alcohol metílico que contenía bastante H_2PO_4 2 normal para neutralizar el NaOH 2 normal añadido previamente. Luego la mezcla a un pH de 6.4 se calentó para separar por destilación una mezcla azeotrópica de metanol y agua, añadiendo continuamente metanol anhidro para reemplazar el destilado. Después de calentar de este modo durante unas 6-7 horas, una parte del destilado toleraba 100 partes de toluol. y el residuo se consideró seco. Luego se concentró a un vacío de 711 mm. de mercurio a un contenido de sólido de 50% aproximadamente. La melamina de metilol metilada así preparada puede dispersarse en agua a una concentración de 10% de sólidos de resina y aplicarse a géneros de lana según el invento.

Para preparar la metilmelamina carbitolada butilica se mezclaron y calentaron 600 partes de peso de la solución



177535

5 arriba descrita al 50% de melamina de metilol metilada y 160 partes de peso de carbitol butílico y se calentaron para concentrar la mezcla a 408 partes de peso con la cual se obtuvo una composición consistente en 75% aproximadamente de la melamina de metilol carbilada butílica. También se pueden preparar de manera análoga melamina de metilol etilada, melamina de metilol butirada y las otras melaminas de metilol alquiladas previamente descritas.

10 Las cualidades de resistencia al encogimiento comunicadas a las telas de lana como resultado del tratamiento con melaminas de metilol alquiladas se demostraron con una serie de ensayos en los cuales muestras de 228,5 por 604,2 mm. de franela de lana de peso ligero se impregnaron con dispersiones de las diversas melaminas de metilol alquiladas.

15 Dispersiones acuosas de melamina de metilol metilada, melamina de metilol etilada, melamina de metilol butilada y la melamina de metilol alquilada obtenida por la reacción de carbitol butílico y melamina de metilol se pusieron a una concentración de un 10% aproximadamente de sólidos de resina. El jarabe de melamina de metilol etilado que contenía 20 50% de sólidos de resina preparado como arriba se describe necesitó la adición de como un 50% de volumen de alcohol para permitir la dilución con agua a una concentración de 10% de sólidos. La melamina de metilol butilada requirió más.

25 Un acelerador, consistente esencialmente en fosfato de hidrógeno y diamonio se añadió a la dispersión en cantidades correspondientes a 3,5% referido al peso seco de la resina. Luego las muestras de lana se impregnaron con estas soluciones



111535

de resina y se secaron en bastidores manteniéndolas a su tamaño original de 228,5 por 604,2 mm. La cantidad de resina basado en su peso seco contenida en las muestras de lana seca era en cada caso de 10% aproximadamente. Luego las muestras de lana impregnada se curaron durante 15 minutos a unos 126°C. y luego se lavaron con una muestra de control de 228,5 por 604,2 mm. de la misma tela, en una máquina de lavar normal a temperatura de 50°C. y a concentración de jabón de 1/4%. Después de períodos de 15 minutos, 30 minutos y 1 hora, las muestras se enjuagaron con agua caliente, se escurrieron y se secaron en plano sin tensión. El tanto por ciento de encogimiento después de cada período subsiguiente se ve en el siguiente cuadro.

C u a d r o I .

	% de encogimiento después del lavado.		
	15 min	30 min	60 min
Melamina de metilolalquilada			
Muestra de control	15.3	21.0	33.3
Melamina de metilol metilada	2.1	2.8	4.2
idem. idem. etilada	2.1	2.8	4.2
idem. idem. butilada	1.4	2.8	5.2
idem. idem. carbitolada butilica	2.8	3.5	3.5
idem. idem. carbitolada butilica(1)	1.4	2.1	2.1

(1) empleando 3.5% de acelerador de pirofosfato de acido metilico.

En un ensayo similar muestras de lana de iguales dimensiones se impregnaron con 10% aproximadamente de peso de melaminas de metilol alquiladas procedentes de una dispersión acuosa de melamina de metilol metilada, una solución de



177535

melamina de metilol octilada en 40% y 60% y alcohol etílico alcohol butílico una solución de melamina de metilol laurilada en alcohol etílico. El pirofosfato de ácido metílico en cantidad de 4% del peso de la resina seca se añadió a las dispersiones de resina. La tela, después de impregnarla con resina se secó y curó durante 15 minutos a 126°C y luego se lavaron en una solución de jabón al 1/4 % a 49°C durante 90 minutos. Luego las telas se juzgaron y secaron y se obtuvieron los resultados siguientes.

C u a d r o II.

10

Melamina de metilol alquilada	% de encogimiento al cabo de lavado de 90 minutos.
Muestra de control	40.3
Melamina de metilol metilada	2.1
idem idem octilada	11.6
Idem. idem laurilada	6.8

15

20

Para mostrar el efecto de las condiciones de curado en el control de encogimiento obtenido con el procedimiento, un número de muestras de tela de lana se trataron con melamina de metilol metilada en la cantidad de 10% aproximadamente de peso de sólidos de resina, basado en el peso de la tela y la resina se secó y curó en la tela a diferentes condiciones de tiempo y temperatura. Como acelerador se empleó fosfato de hidrógeno y diamonio en cantidad de 3.5%.

El efecto de variar las condiciones de curado se



177535

representa en el cuadro siguiente:

C u a d r o I I I .

		% de encogimiento después del lavado.		
Condiciones de curado		15 min.	30 min.	60 min.
5	Muestra de control	11.1	18.0	29.2
	15 minutos a 110°C.	2.8	3.5	4.6
	15 minutos a 115°C.	2.1	2.8	3.5
	15 minutos a 120°C.	1.4	2.1	2.4
	15 minutos a 125°C.	1.4	2.1	2.4
10	30 minutos a 125°C.(1)	0.42	0.83	0.83

(1) Con 4% de ácido metílico de pirofosfato como acelerador.

Estos resultados muestran que aunque puede obtenerse una reducción muy marcada de encogimiento en condiciones de curado suave, puede obtenerse un control casi completo del encogimiento empleando periodos más largos de tiempo de curado y temperaturas más altas. Es también evidente por el cuadro anterior, así como por el cuadro I que algunos aceleradores son más eficaces que otros en el procedimiento.

Los efectos de variar los porcentajes de producto de condensación de melamina y formaldehído alquilado para reducir el encogimiento de la tela de lana se representan en el cuadro IV. En esta serie de ensayos, muestras de lana de las mismas dimensiones se impregnaron de cantidades variables de una dispersión acuosa de melamina de metilol metilada, la tela se tiñó y se curó al calor durante 15 minutos a 126°C.



177535

C u a d r o I V .

		% de encogimiento después del lavado.		
% melamina de metilol metilado		15 min.	30 min.	60 min.
	Sin tratamiento	11.1	18.0	29.2
	10% melamina metilol metilada	1.4	2.1	2.4
5	5.0% idem idem	2.1	3.5	5.5
	2.5% idem idem	4.2	5.5	12.5

Como puede observarse en el cuadro anterior la reducción de los sólidos de resina aplicados a la tela disminuye muy perceptiblemente el control de encogimiento. Aunque un 2 1/2% de peso de la melamina de metilol metilada en la tela disminuye su encogimiento en más de una mitad, se obtuvieron resultados muy superiores cuando la tela retuvo 5% y más de la resina.

Aunque algunos aspectos del invento se han descrito en considerable detalle, será evidente que pueden hacerse modificaciones de los mismos dentro de la técnica profesional sin apartarse de la finalidad de las reivindicaciones anexas. Así, por ejemplo, una dispersión de melamina de metilol en un alcohol primario adecuado, metilo, butilo, octilo, etc, puede aplicarse a la tela y calentarse. Como resultado de este tratamiento se formará in situ una cantidad apreciable de melamina de metilol alquilada, y la tela así tratada tiene, como lo demuestran los ensayos hechos, un grado bastante bueno de resistencia al encogimiento. Como esto entre evidentemente en el espíritu del invento, se desea que esta y otras modificaciones similares caigan dentro de las reivindicaciones anexas.



177535

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 30 de agosto de 1941, bajo el número 409036, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de Propiedad Industrial.

5

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

10 1º.- Un procedimiento de reducir la tendencia al afieltrado y al encogimiento de la lana, caracterizado por que se impregna ésta con una solución o dispersión de un producto de condensación de melamina de metilol alquilada virtualmente sin polimerizar, siendo tal la toma de la so-
lución o dispersión que deposita en la lana de 2 1/2% al
15 15% de peso referido al peso seco de la lana de dicho pro-
ducto de condensación y someter luego la lana impregnada a
temperatura elevada suficiente para curar el producto de
condensación hasta un estado virtualmente insoluble en agua.

20 2º.- Un procedimiento según se reivindica en el punto 1º, caracterizado por el hecho de que dicho producto de condensación se usa en forma de solución acuosa o disper-
sión, si es preciso en unión con un disolvente orgánico.

3º.- Un procedimiento según se reivindica en los

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



177535

puntos 1º, 2º caracterizado por el hecho de que dicho cu-
rado se realiza a temperatura entre 93.5º C. y 149º C.

4º.- Un procedimiento según se reivindica en los
puntos 1º a 3º, caracterizado por el hecho de que el produc-
to de condensación es un producto de condensación de melami-
na de metilol metilada.

5º.- Un procedimiento según se reivindica en cual-
quiera de los puntos 1º a 3º, caracterizado por el hecho de
que dicho producto de condensación es un producto de conden-
sación de melamina de metilol etilada.

6º.- Un procedimiento según se reivindica en cual-
quiera de los puntos 1º a 3º, caracterizado por el hecho de
que el producto de condensación es el producto de reacción
del éter monobutílico de glicol dietilénico con melamina de
metilol.

7º.- Un procedimiento según se reivindica en cual-
quiera de los puntos anteriores caracterizado por el hecho
de que la lana está en forma de tela que la contiene.

8º.- Un procedimiento de reducir la tendencia al
afieltrado y al encogimiento de la lana.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de quince hojas escritas por
una sola cara.

Madrid,

P. A.

Alberto de Eizabara

1942