

179251

PATENTE DE INVENCION.

I.C.I. CASE 8562/9004.

179251



MEMORIA DESCRIPTIVA

SOBRE:

"PERFECCIONAMIENTOS EN LA FABRICACION Y APLICACION DE  
NUEVOS AGENTES PARA EL TRATAMIENTO DE MATERIALES TEX  
TILES Y TEJIDOS".

---

SOLICITANTES: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,  
residentes en: Millbank, LONDRES, S.W.1.  
Inglaterra.

---

Este invento se refiere a la fabricación de compuestos químicos nuevos y a su empleo en el tratamiento de materiales textiles y tejidos, especialmente con el objeto de comunicar a la lana la propiedad de no contraerse.

5. De acuerdo con este invento se fabrican compuestos químicos nuevos de la fórmula:  $R(O.CO.NR'-CH_2OR)_n$  -en la que R representa un radical alifático, substituido o no; R', hidrógeno o un residuo orgánico; r", hidrógeno o un radical alkilo, y n un número entero mayor que la unidad-
10. partiendo de policarbamatos de la fórmula  $R(O.CO.NHR')$  por



el procedimiento a continuación descrito.

Los policarbamatos empleados como materiales de partida, son derivados de compuestos de la fórmula  $R(OH)_n$ , en la que R y n tienen los significados antes indicados.

15. Pueden obtenerse, convenientemente, tratando el compuesto  $R(OH)_n$  con fosgeno y tratando luego el ester clorofórmico así obtenido con amoníaco o con una amina primaria.

Como compuestos de la fórmula  $R(OH)_n$  y mezclas de los mismos, convenientes para la preparación de los

20. policarbamatos, pueden mencionarse, por ejemplo, el glicol etilénico, el octadecano-1:12-diol, el aceite de ricino, el aceite de ricino hidrogenado, el glicerol, la N:N'-etileno-bis-ricinolamida y el dibenzoilmanitol.

- Así, como policarbamatos adecuados para emplearse en el proceso de este invento, pueden mencionarse, por ejemplo, el bicarbamato de etileno, el bicarbamato de octadecano-1:12-diol, el tricarbamato de triolein-11:11':11"-tríol y el tricarbamato de triestearin-11:11'-11"-tríol.
- 25.

- Al aplicar este invento a la práctica, los poli carbamatos se mezclan con formaldehído (o con un polímero del mismo), ventajosamente a temperatura ligeramente elevada, por ejemplo a 40-60°C. opcionalmente en presencia de un disolvente o diluyente, bien en condiciones alcalinas -en cuyo caso los nuevos compuestos formados tienen la
30. fórmula antes indicada, en la que R" es hidrógeno- o bien en condiciones ligeramente ácidas en presencia de un alcohol, en cuyo caso los nuevos compuestos formados tienen la
35. misma fórmula, en la que R" es un radical alkilo.

- Los nuevos compuestos de la fórmula citada, en
40. la que R" es un radical alkilo, pueden también prepararse



mezclando el derivado halogenometílico del policarbamato (que puede obtenerse, por ejemplo, por tratamiento del policarbamato con formaldehído y un haluro de hidrógeno) con un alcohol, ventajosamente a temperaturas ligeramente elevadas, por ejemplo a 40-60°C. o mezclando el derivado hidroximetílico del policarbamato con un alcohol, en condiciones ligeramente ácidas, ventajosamente a temperaturas ligeramente elevadas, por ejemplo 40-60°C.

Los alcoholes apropiados para emplearse en los procesos anteriores, son, por ejemplo, los alcoholes metílico, etílico y propílico, el glicol y el ácido glicólico.

Los nuevos compuestos son solubles o fácilmente dispersables en agua, y son solubles en disolventes orgánicos tales como alcoholes, acetona, benceno, tolueno, cloroformo, bicloruro de etileno y dioxano. Cuando los compuestos se calientan por encima de 100°C. en condiciones ácidas, se descomponen y forman sustancias resinosas insolubles en agua.

Por otra característica del invento, los nuevos compuestos se aplican a los materiales textiles que pueden ser de origen animal o vegetal o estar constituidos por celulosa regenerada, por ésteres o éteres de celulosa, para comunicarles propiedades mejoradas que incluyen la resistencia a la contracción y la impermeabilidad al agua.

Esta característica del invento comprende el impregnar dichos materiales textiles con una solución o suspensión de uno o más de los nuevos compuestos en agua o en un líquido orgánico apropiado, a una temperatura conveniente, por ejemplo inferior a 160°C. y el secar luego el material impregnado y el calentarlo en condiciones ácidas, a una temperatura



tal que dichos nuevos compuestos experimenten la descomposición, por ejemplo, alrededor de 150°C. Las condiciones ácidas pueden obtenerse por la adición directa de ácidos verdaderos o por medio de sales o bases que desprendan

75. ácidos al calentarlas, por ejemplo, cloruro o bromuro de piridina, o por medio de compuestos cuaternarios descomponibles, tales como cloruro de cetoximetilpiridinio o de estearamidometilpiridinio.

80. En la preparación del flúido de impregnación, pueden usarse agentes de dispersión, por ejemplo el producto de condensación del cetil-alcohol con 17 proporciones moleculares de óxido de etileno.

85. Al flúido de impregnación, pueden añadirse también otros agentes de terminación de tejidos. Así, por ejemplo, para mejorar las propiedades de impermeabilidad o repulsión del agua de los materiales textiles, pueden añadirse sales de metales polivalentes, por ejemplo acetato de aluminio, o ceras que rechazan el agua, por ejemplo, parafina, montana, carnauba y de abejas.

90. Por otra característica del invento, los nuevos compuestos pueden aplicarse junto con compuestos utilizados para comunicar a los tejidos la propiedad de ser inarrugables, por ejemplo productos de condensación de formaldehído con fenoles o con urea o derivados de ésta, aplicándose los dos agentes de tratamiento bien separada o bien simultáneamente, ésto es, por medio del mismo baño.

Este invento se aclara, pero no se limita, por los Ejemplos siguientes en los que las partes y porcentajes son en peso.

100. EJEMPLO 1.- A una solución de 100 partes de los policarba-



- matos obtenidos tratando aceite de ricino hidrogenado con fosgeno y luego con amoníaco -constituidos esencialmente por triestearin-11:11':11"-triol tricarbamato- en 240 partes de benceno, se añaden 10 partes de formaldehido y 20
105. partes de carbonato potásico anhidro. La mezcla se agita a una temperatura de 50-60°C. durante 2-3 horas y luego se filtra. El filtrado se evapora a 45-50°C. a presión reducida, por cuyo medio se obtiene el metilol-derivado, en forma de un líquido amarillo pálido y viscoso.
110. EJEMPLO 2.- A una solución en 120 partes de benceno, de 57 partes de los policarbamatos obtenidos tratando aceite de ricino con fosgeno y luego con amoníaco -constituidos esencialmente por triolein-11:11':11"-triol tricarbamato- se añaden 11,4 partes de carbonato potásico anhidro y 5,7
115. partes de paraformaldehido. La mezcla se agita durante 2 horas a 45-50°C. y luego se filtra. El filtrado se concentra por evaporación a presión reducida a 50-60°C. por cuyo medio se obtiene el metilol-derivado en forma de aceite claro y viscoso.
120. EJEMPLO 3.- En 20 partes del producto del Ejemplo 1, se disuelve 1 parte del producto de condensación del cetilalcohol con 17 proporciones moleculares de óxido de etileno, y la mezcla se emulsiona con 79 partes de agua. A continuación se añaden a la emulsión 100 partes de ácido
125. clorhídrico 1,5N, con agitación, y se impregna con la dispersión resultante una franela ligera de lana que se escurre entre rodillos de caucho hasta un contenido de 100% aproximadamente, se seca a 50°C y luego se somete a 145°C. durante 3 minutos. La muestra así preparada se trabaja a
130. mano durante 15 minutos en una solución de jabón al 5%, a

1792



la vez que una muestra sin tratar. La primera acusa una contracción superficial del 11,2%, mientras que la segunda alcanza un 31,9% de reducción.

EJEMPLO 4.- En 20 partes del producto del Ejemplo 2, se

135. disuelve 1 parte del producto de condensación del cetilalcohol con 17 proporciones moleculares de óxido de etileno y la mezcla se emulsiona con 79 partes de agua. A continuación se añaden a la emulsión 100 partes de ácido clorhídrico 2N, con agitación, y se impregna con la dispersión resultante una franela ligera de lana que se escurre entre rodillos de caucho hasta un contenido de 100% aproximadamente, se seca a 50°C. y luego se somete a 145°C. durante 3 minutos. La muestra así preparada se trabaja a mano durante 15 minutos en una solución de jabón al 5%, y
140. acusa una contracción superficial del 2,5%, mientras que la del material sin tratar tiene una reducción del 30,1%.

EJEMPLO 5.- En una mezcla de 550 partes de agua y 75 partes de solución de formaldehído al 37%, se disuelven 60

- partes de bicarbonato de etileno. Se añaden 5 partes de
150. carbonato potásico y la mezcla se agita durante 2 horas a 50°C. De vez en cuando se añade más carbonato de potasio para mantener la mezcla alcalina para la fenolftaleína. A continuación se elimina el disolvente por evaporación a presión reducida y a 40°C. y se obtiene bihidroximetil-
155. carbamato de etileno en forma de goma espesa.

EJEMPLO 6.- En 200 partes de etanol se disuelven 10 partes de los metilol-derivados (que pueden obtenerse como se indica en el Ejemplo 1) de la mezcla de policarbamatos obtenida tratando aceite de ricino hidrogenado con fosgeno y

160. luego con amoníaco y, durante 10 minutos se hace pasar por



la solución una suave corriente de cloruro de hidrógeno (ácido clorhídrico) gaseoso. La solución se agita durante 2 horas a 50-60°C. y se neutraliza luego añadiendo carbonato potásico. La mezcla se filtra, y el disolvente se elimina por evaporación a presión reducida y a 50-60°C. con lo cual se obtiene en forma de líquido claro y movable el derivado etoximetilcarbamato.

EJEMPLO 7.- A 400 partes de n-butil-alcohol se añaden a la temperatura ambiente y agitando durante 1 hora, 80 partes de los derivados clorometílicos de los policarbamatos obtenidos tratando aceite de ricino con fosgeno y luego con amoníaco, constituidos esencialmente por triolein-11:11':11''--triol-tri-clorometil-carbamato. La mezcla se calienta a 45-50°C. durante 4 horas y luego se neutraliza por adición de carbonato potásico anhidro; a continuación se filtra, y el disolvente se elimina por evaporación, a presión reducida y a 50-60°C. obteniéndose en forma de un aceite movable y claro el derivado butoximetilcarbamato.

EJEMPLO 8.- A 400 partes de alcohol etílico se añaden, con agitación durante 1 hora y a la temperatura ambiente, 80 partes de los derivados clorometílicos del Ejemplo 1. La mezcla se calienta durante 8 horas a 50-60°C. y luego se neutraliza por la adición de carbonato sódico anhidro; luego se filtra y el disolvente se elimina del filtrado por evaporación a presión reducida y a 60°C. por cuyo medio se obtiene, en forma de aceite claro movable el derivado etoximetílico.

EJEMPLO 9.- En 200 partes de metanol, se disuelven 10 partes del metilol-derivado de los policarbamatos obtenidos tratando aceite de ricino hidrogenado con fosgeno y

17 9 2 5 1



luego con amoniaco -constituidos esencialmente por tries-  
tearin-11:11':11"--trio1-trimetilolcarbamato- y durante  
10 minutos se hace pasar por la mezcla una suave corrien-  
te de cloruro de hidrógeno gaseoso. La mezcla se calienta  
195. luego a 50°C. y, a esta temperatura, se agira durante 2  
horas. A continuación se neutraliza con carbonato sódico  
anhidro, se filtra, y los filtrados se concentran por eva-  
poración a presión reducida y a 50°C. por cuyo medio se  
obtiene el derivado metoximetílico, en forma de un aceite  
200. claro y movable.

- NOTA -

Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza  
del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la  
práctica, se hace constar que los procedimientos anterior-  
205. mente descritos son susceptibles de ligeras modificaciones  
de detalle, sin que por ello se altere el principio funda-  
mental del invento, siendo lo que constituye la esencia  
del mismo y por lo que se solicita Patente de Invención  
por veinte años en España: "Perfeccionamientos en la fa-  
210. bricación y aplicación de nuevos agentes para el tratamien-  
to de materiales textiles y tejidos"; caracterizándose por  
lo siguiente:

1º - Perfeccionamientos en la fabricación y apli-  
cación de nuevos agentes para el tratamiento de materiales  
215. textiles y tejidos, que incluyen nuevos compuestos químicos  
de la fórmula  $R(O.CO.NR'-CH_2OR'')_n$  en la que R representa un  
radical alifático, substituido o no; R', hidrógeno o un re-  
siduo orgánico; R'', hidrógeno o un radical alkilo, y n un  
número entero mayor que la unidad.

220. 2º - Perfeccionamientos en la fabricación y apli-



cación de nuevos agentes para el tratamiento de materiales textiles y tejidos, que incluyen como producto nuevo, el triestearin-11:11':11"-triole-trimetilcarbamato.

225. 3º - Perfeccionamientos en la fabricación y aplicación de nuevos agentes para el tratamiento de materiales textiles y tejidos, que incluyen, como producto nuevo, el triolein-11:11':11"-triole-trimetilcarbamato.

230. 4º - Perfeccionamientos en la fabricación y aplicación de nuevos agentes para el tratamiento de materiales textiles y tejidos, que incluyen, como producto nuevo, el bimetilcarbamato de etileno.

235. 5º - Perfeccionamientos en la fabricación y aplicación de nuevos agentes para el tratamiento de materiales textiles y tejidos, que incluyen la fabricación de los nuevos compuestos químicos, según lo especificado en la reivindicación 1, por el procedimiento en esta Memoria descrito.

240. 6º - Perfeccionamientos en la fabricación y aplicación de nuevos agentes para el tratamiento de materiales textiles y tejidos, que incluyen la aplicación, si se desea en combinación con un agente de resistencia al arrugado, de los nuevos compuestos químicos, según lo especificado en la reivindicación 1, a los materiales textiles y tejidos, para darles propiedades perfeccionadas, que 245. incluyen la resistencia a la contracción y/o la repulsión del agua o impermeabilidad.

250. 7º - Perfeccionamientos en la fabricación y aplicación de nuevos agentes para el tratamiento de materiales textiles y tejidos, que incluyen los materiales textiles y tejidos, tratados de acuerdo con lo especificado

179251 - 10 -



en la reivindicación 6.

8: - Perfeccionamientos en la fabricación y aplicación de nuevos agentes para el tratamiento de materiales textiles y tejidos; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria, que consta de diez  
255. hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 7 de Agosto de 1947.

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

Por Poder de J. GÓMEZ ACEBO