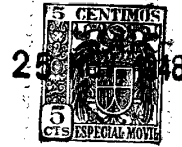


186071



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

186071

por "PROCEDIMIENTO PARA LA FIJACION DE LOS EFECTOS DE CALANDRA, PLANCHADO Y PREFERENTEMENTE DE LOS EFECTOS CHINTZ O SATINADOS, SOBRE LOS TEJIDOS TEXTILES", a favor de la firma suiza CIBA Soci t  Anonyme, domiciliada en Basilea (Suiza).

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Sabido es el fijar, de una manera s lida al lavado, los efectos producidos mediante tratamiento mec nico, sobre los tejidos textiles, tales como los efectos de calandra, planchado y similares, por medio de resinas artificiales endurecibles.
5. A este efecto, los tejidos son saturados con soluciones acuosas de condensados endurecibles a base de formaldehido y fenoles, urea, o compuestos afines, como tiourea y diciandiamida, o mezclas de urea y tiourea, siendo secados y sometidos de preferencia despu s de volverlos a humectar, es decir, despu s
10. de su acondicionamiento, a un tratamiento mec nico que produce el efecto deseado, por ejemplo con calandras o similares, y finalmente calentados con objeto de convertir el producto de condensaci n endurecible en el estado insoluble. En combinaci n con los condensados indicados, pueden asimismo emplearse catalizadores de endurecimiento, medios de apresto, emolientes, medios
- 15.



que producen mate, cargas, y otras adiciones adecuadas.

Se ha recomendado asimismo, someter los materiales textiles de naturaleza celulósica, impregnados con una solución neutra, acuosa, de un condensado a base de formaldehído y uréa, o de un derivado del mismo, después de secado y acondicionamiento, al tratamiento mecánico, tratando o impregnando posteriormente con una solución fría, concentrada y acidulada, de una sal que presenta una marcada afinidad para agua, si bien sin surtir ningún efecto específico de hinchamiento sobre la celulosa, vg. cloruro de calcio, -magnesio, y -aluminio. De este modo ha sido posible evitar la aplicación de altas temperaturas para la polimerización del condensado.

Luego, tejidos cuyos intersticios habian sido rellenados con cargas fácilmente separables, como vg. almidón, eventualmente con empleo simultáneo de catalizadores de endurecimiento, han sido pasados a través de calandras de satinar, o similares, recubriéndoles seguidamente, por un lado, de una delgada capa, uniformemente delgada, endurecible de resina, después de lo cual -una vez efectuado el endurecimiento cuidadoso y calandra-do renovado- la capa resinosa fué totalmente endurecida y -después de la separación del medio de relleno del tejido- dicha capa fué rota.

Además, ha sido propuesto para la producción de chintz o satinado, o para la elaboración de tejidos con apresto chintz o de satinado, impregnar los tejidos con una solución de condensado de urea-formaldehído y con una proteína coagulable, y producir, por aplicación de calor y presión suficientes, vg. en una calendra calentada, la simultánea polimerización de la resina, y la producción del lustre, o de secar los tejidos, impregnados con una solución acuosa al 15-20 % en peso de un

186071



condensado de urea-formaldehído, a una temperatura por debajo de la temperatura de polimerización del condensado, hasta un estado húmedo aún, sometiéndolos seguidamente a una temperatura suficiente para el endurecimiento de la resina, por ejemplo en la calandra de satinar, al simultáneo apresto satinado y endurecimiento de la resina. Para la impregnación se ha recomendado asimismo las soluciones de condensados de urea-formaldehído, que contenían un agente de humectación, vg. aceite de ricino sulfonado y, eventualmente, catalizadores y/o emolientes.

5.

10.

Los procedimientos antes mencionados, que trabajan en la mayoría de los casos con condensados de urea-formaldehído, y cuya realización en parte resulta bastante engorrosa, pueden proporcionar aprestos sólidos al lavado, que ocasionalmente pueden incluso resistir varios lavados, si bien su solidez a la ebullición es poco satisfactoria.

15.

Ahora bien, se ha llegado a conocer una serie de procedimientos para la refinación de textiles, los cuales emplean en lugar de, o en mezcla con, condensados de urea-formaldehído, los condensados de melamina-formaldehído hidrosolubles, endurecibles, o los éteres de los mismos. Con ellos pueden lograrse aprestos sólidos al lavado y ebullición, aprestos libres de encogimiento e inarrugables, mates, fijaciones de colorantes, estampaciones, y similares. Para la producción de textiles inarrugables, asimismo ha sido propuesto el empleo de soluciones de tales condensados de melamina-formaldehído que contienen

20.

25.

más de 3 moles, por ejemplo, 5-6 moles de formaldehído. La producción de artículos chintz o satinados y similares, verdaderamente sólidos a la ebullición, bajo empleo de condensados a base de melamina, no obstante no ha sido descrita hasta el presente. Los procedimientos y preparaciones que se recomiendan,

30.

186071



al efecto, en el comercio, no pueden satisfacer las exigencias de la práctica porque los artículos, producidos a base de los mismos, experimentan al hervir una merma de brillo excesivamente marcada. Se ha mostrado que la fijación a prueba de ebullición de efectos de calandra de satinar, tropieza con dificultades particulares, resultando de notable importancia industrial el eliminar las mismas, dada la gran demanda de tales tejidos.

5.

Ahora bien, el objeto del presente invento es un procedimiento para la fijación, sólida al lavado y ebullición, mediante

10.

tratamiento mecánico, de efectos producidos sobre los tejidos textiles, especialmente tejidos de algodón, como efectos de calandra, planchado y particularmente efectos chintz o satinados, siendo a este fin el tejido impregnado con una solución

15.

de un condensado de melamina-formaldehído endurecible, eventualmente eterificado, siendo secado y, en caso dado después del acondicionamiento, sometido al necesario tratamiento mecánico y, finalmente, calentado en presencia de un catalizador de endurecimiento, con objeto del endurecimiento del condensado. El procedimiento se caracteriza porque la impregnación se

20.

efectúa con una solución acuosa, que contiene un condensado de melamina-formaldehído endurecible y, eventualmente, eterificado, en el cual están engarzados 4-6, de preferencia, 5-6 moles de formaldehído en 1 mol de melamina.

25.

Por el empleo, conforme al invento, de condensados de melamina, ricos en formaldehído introducido en la condensación, se logra con aplicación de las medidas operatorias conocidas en este terreno de la refinación textil, una fijación de los efectos producidos mecánicamente, que supera en solidez al lavado y ebullición practicada hasta el presente, en un grado

30.

sorprendentemente elevado.

186071



106071

- Para el presente procedimiento entran en consideración todos los condensados de melamina-formaldehído endurecible, hidrosolubles, que contienen por mol de melamina, 4-6, de preferencia, 5-6 moles de formaldehído, o los éteres hidrosolubles de los mismos, particularmente el éter alquílico. Se pueden emplear asimismo, condensados hidrosolubles con contenido reducido en formaldehído, o los éteres de los mismos, si se tiene el cuidado, mediante adición de cantidades correspondientes de formaldehído y por determinación de las condiciones en sí conocidas, de que sea posible, a lo más tardar en la solución de impregnación, la formación de condensados con un contenido en formaldehído de 4-6, de preferencia, 5-6 moles por mol de melamina. Asimismo, se pueden llevar a condensación los componentes de formación de los condensados, con arreglo a métodos conocidos, en álcalis acuosos, vg. en una solución de carbonato-sódico al 10 % en peso, empleando las soluciones que se van originando, después de la adición de cantidades correspondientes de ácido, o materias que ceden ácidos, para la impregnación. También es posible el hacer originar los condensados, con observación de condiciones de suyo conocidas, entera o parcialmente sobre el tejido.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.

El contenido de las soluciones de impregnación en condensado de melamina-formaldehído depende de las propiedades que se desee obtener. Para la producción de artículos chintz o satinados importa, por ejemplo, un 4-10, de preferencia, 6-8 % en peso.

- 25.

La preparación de las soluciones de impregnación es de suyo conocida y no ofrece dificultades de ninguna especie al técnico. Tiene lugar, por regla general con agua, eventualmente con empleo simultáneo de los usuales catalizadores de endurecimiento, y/u otras adiciones convenientes, como agentes de

- 30.



106071

- humectación, emolientes y similares. Por ejemplo, se puede disolver, por separado, el condensado y el catalizador, y copular estas soluciones. Igualmente es posible preparar mezclas secas, estables, de condensado, catalizadores apropiados y, eventualmente, otras adiciones más, y disolver estas mezclas en agua antes del uso. Empleándose condensados con un contenido demasiado reducido en formaldehído, y al preparar las soluciones a base de los componentes de formación de los condensados, han de observarse las medidas particulares ya mencionadas. La estabilidad de las soluciones de impregnación puede ser aumentada, en algunos casos, del modo conocido, vg. por la adición de ácido fórmico.
5. 10.

- Como catalizadores entran en consideración los conocidos, como ácidos minerales, cloruros o nitratos inorgánicos, incolores, hidrosolubles, o similares, y las mezclas de los mismos. Los cloruros y nitratos del aluminio, zinc, y magnesio se han mostrado particularmente apropiados, si bien pueden lograrse resultados bastante frecuentemente satisfactorios, asimismo los cloruros y nitratos del amonio, sodio, potasio, calcio, o similares. Para el empleo de los catalizadores se debe tener presente, que ácidos y catalizadores marcadamente ácidos, dan soluciones poco estables debido a su acción de activar energicamente el endurecimiento del condensado, que se deben las soluciones consumir rápidamente. No es imprescindible que el catalizador esté presente ya en la solución de impregnación. Se puede efectuar el tratamiento de los tejidos con la solución del condensado y una solución de catalizador, por separado. Así, se puede tratar un tejido impregnado con la solución de condensado en una fase cualquiera, apropiada, del procedimiento de refinación, con una solución de catalizador. El empleo de
15. 20. 25. 30.



soluciones que contienen simultáneamente condensado y catalizador; por otra parte, ofrece en comparación con el tratamiento separado, la ventaja de la sencillez de ejecución.

5. La cantidad de catalizador a emplear es distinta según la propiedad del catalizador y del condensado de melamina-formaldehído. A base de los actuales conocimientos acerca de la eficacia de los catalizadores en el terreno de las resinas artificiales, resulta posible al técnico, sin más dificultades, acertar lo más conveniente para el caso respectivo. Al efecto se debe cuidar que el empleo de excesivamente grandes cantidades de catalizador, pueda ocasionar una debilitación inadmisibles de las fibras. Al emplearse ácidos, el valor pH de la solución de impregnación no debe bajar por debajo de 3,5.

10. La puesta en práctica del procedimiento según la invención, tienen lugar con arreglo a los métodos usuales para tales finalidades en la industria de refinación de materiales textiles.

15. El presente procedimiento, en comparación con los conocidos, ofrece la ventaja de que los efectos de apresto producidos conforme al mismo, acusan una solidez casi ilimitada a las gotas de agua, y una resistencia a la ebullición, no alcanzada hasta el presente.

20. Los siguientes Ejemplos, en los cuales ha sido empleada como tejido la muselina de algodón blanqueado, están destinados para dilucidar el invento más detenidamente. Las partes indicadas son partes en peso, y los por cientos son por cientos en peso.

EJEMPLO 1.

25. Sobre 35 partes de melamina se vierten 125 partes de formaldehído acuoso, al 36,5 % , que previamente ha sido gra-

30.

16071



duado a un pH de 7,5 a 8,0 , con solución de carbonato sódico acuosa, al 10 %, calentando a 70-80° C., hasta que se presenta disolución clara. Seguidamente se diluye la solución con agua fría a 900 partes en volumen, enfriándose a 25-30° C. y mezclándose con una solución de 7 partes de cloruro de aluminio cristalizado en 100 partes en volumen de agua.

5.

Con esta solución es impregnado el tejido hasta una absorción de líquido de aproximadamente 100 %, secando seguidamente durante alrededor de una hora a 40-50° C., efectuando luego el acondicionamiento por rociamiento con agua. El tejido así preparado, es pasado tres veces por una calandra de fricción, calentada a aproximadamente 140° C., y calentando finalmente aún aproximadamente durante 10 minutos a 120° C.

10.

El efecto chintz o satinado producido de este modo, resulta en alto grado sólido a las gotas de agua y a la ebullición. Después de una ebullición de $\frac{1}{2}$ hora en un baño de lavado, que sobre 1000 partes en volumen de líquido contiene 5 partes de jabón y 2 partes de sosa, presenta el tejido solamente una merma reducida de lustre.

15.

Las condiciones de secado pueden igualmente determinarse diferentes. Es aplicable toda modalidad de secado que evite una excesiva condensación del condensado de melamina-formaldehído. Además, resulta posible, por modificación de la presión en la calandra, y/o de la velocidad de rotación y temperatura del cilindro de fricción, regular el grado de la producción de lustre.

20.

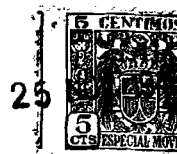
25.

EJEMPLO 2.

Se vierten sobre 35 partes de melamina, 104 partes de formaldehído al 36,5 %, que por adición de solución acuosa de carbonato sódico ha sido graduado a un pH de 7,5 - 8,0,

30.

186071



calentando durante 15 minutos a 70-80° C. La solución clara es diluida con agua fría a 900 partes en volumen; seguidamente enfriada a 20-25° C. y mezclada con una solución de 8 partes de cloruro de zinc en 100 partes en volumen de agua.

5. Con esta solución es tratado el tejido conforme a las indicaciones del Ejemplo 1. El efecto chintz o satinado obtenido en esta operación, resulta algo menos resistente a la ebullición que el del Ejemplo 1.

EJEMPLO 3.

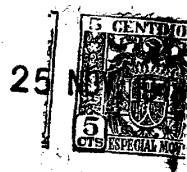
10. 55 partes de trimetilolmelamina son disueltas por esparcimiento en la triple cantidad de agua hirviendo. Después de la adición de 99 partes de formaldehído al 36,5 % que ha sido graduado con solución acuosa de carbonato sódico al 10 %, a un pH de 7,5 - 8,0 ; se calienta la solución durante 15 minutos a 70-80°C., diluyendo seguidamente con agua fría a más o menos 900 partes en volumen, y enfriando a 25-30° C. Luego se mezcla la solución con una disolución de 8 partes de nitrato de aluminio cristalizado, en 100 partes en volumen de agua.

20. Con la solución de impregnación así preparada, es tratado el tejido según las indicaciones del Ejemplo 1. El efecto chintz o satinado resulta tan sólido a la ebullición, que no presenta disminución de brillo después del lavado citado en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 4.

25. 75 partes de hexametilolmelamina son disueltas a 80° C en, aproximadamente, 500 partes en volumen de agua. Si hace falta, es filtrada la solución; seguidamente diluida con agua fría a aproximadamente 900 partes en volumen; y mezclada, después del enfriamiento a 20-25° C., con una solución de 10 partes de cloruro cálcico en 100 partes en volumen de agua.
- 30.

106071



El tejido tratado con esta solución, según las indicaciones del Ejemplo 1, acusa un efecto chintz o satinado que es similar al del Ejemplo 2.

5. Si se emplean, en vez del cloruro cálcico, aproximadamente 8 partes de cloruro de aluminio, nitrato de aluminio, o cloruro de magnesio, se obtienen efectos chintz o lustrosos que no acusan ninguna disminución de lustre después de la prueba de lavado, indicada en el Ejemplo 1.

EJEMPLO 5.

10. 1 mol de melamina es calentado con 6 moles de solución acuosa de formaldehído al 32 % en volumen, en baño maría hirviendo, hasta que se presenta la disolución. Seguidamente es enfriada la solución en agua glacial. El hexametilolcompuesto, en éllo segregado, de la melamina, es separado por filtración
15. y, después del secado, disuelto en el refrigerante de reflujo en la triple cantidad de metanol, en presencia de aproximadamente 1/100 mol de ácido clorhídrico u otro ácido enérgico. Tan pronto como se haya producido la solución, se gradúa con lejía de sosa a coloración rosa a la fenolftaleína, concentrándose la solución, conteniendo aproximadamente 90 % de compuesto
20. de condensación sólido, a un jarabe espeso, por evaporación. 80 partes del jarabe así conseguido, son diluidas con agua a 1000 partes en volumen, graduándose la solución obtenida con ácido clorhídrico al 30 %, a un pH de más o menos 3,5.
25. El tejido refinado, con arreglo al procedimiento reseñado en el Ejemplo 1, con esta solución, presenta un efecto chintz o lustroso sólido a la ebullición, que no presenta disminución de brillo después de la prueba de lavado, mencionada en el Ejemplo 1.

30.

106071



186071

EJEMPLO 6.

- De una manera semejante a la indicada en el Ejemplo 5, si bien dejando aparte el aislamiento y secado de la hexametilolmelamina, disolviendo primero la melamina en solución acuosa de formaldehído al 40 % en volumen, ligeramente alcalina, calentando la solución después de la adición de 32 kgs de metanol sobre aproximadamente 58,5 kgs de solución, en presencia de ácido clorhídrico, volviendo seguidamente a alcalinizar y concentrando por evaporación, se prepara un jarabe que contiene aproximadamente un 73 % de compuesto de condensación sólido. 80 partes de este jarabe son diluidas, con agua, a 1000 partes en volumen, adicionándose a la solución obtenida aproximadamente 4 partes de cloruro de amonio.
- 5.
- 10.

- Un tejido refinado con esta solución, según las indicaciones del Ejemplo 1, posee un efecto chintz o satinado sólido a la ebullición, que no presenta disminución alguna de brillo después del lavado mencionado en el Ejemplo 1.
- 15.

- Como es natural, queda sobreentendido que la protección que se recaba para la invención, no queda limitada a los Ejemplos de ejecución práctica indicados en la descripción, pues la protección se extiende a todas aquellas formas equivalentes de ejecución basadas en la solución lograda por el invento.
- 20.



N O T A

186071

Hecha la descripción del presente invento, se hace constar que esta solicitud se acoge a los derechos de prioridad de la patente No. 28916, depositada en SUIZA en fecha 28 de Noviembre de 1947, y se declaran como nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

5.

1ª.- Procedimiento para la fijación de los efectos de calandra, planchado y preferentemente de los efectos chintz o satinados, sobre los tejidos textiles, a cuyo efecto el tejido es impregnado con una solución de un condensado de melamina-formaldehído, endurecible, eventualmente eterificada, secado y eventualmente, después de su acondicionamiento, sometido al necesario tratamiento mecánico, y siendo finalmente calentado en presencia de un catalizador de endurecimiento con objeto del endurecimiento del condensado, caracterizado esencialmente por el hecho de llevar a cabo la impregnación con una solución acuosa que contiene un condensado de melamina-formaldehído endurecible y, eventualmente, eterificado, en el cual 4-6, de preferencia 5-6, moles de formaldehído están engarzados con 1 mol de melamina.

10.

15.

20.

2ª.- Procedimiento para la fijación de los efectos de calandra, planchado y preferentemente de los efectos chintz o satinados, sobre los tejidos textiles, según la reivindicación 1ª, caracterizado esencialmente en que los tejidos, especialmente los tejidos de algodón con efectos de calandra, planchado o, de preferencia, efectos chintz o satinados, resultan

25.

25



fijados de modo sólido al lavado y ebullición.

3a.- Procedimiento para la fijación de los efectos de calandra, planchado y preferentemente de los efectos chintz o satinados, sobre los tejidos textiles.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de trece hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 25 de Noviembre de 1948.

CIBA Sociéte Anonyme.

10.

p.a. JAMIE CIBA

Alvarez

186071