

204239

P - 10.176

204239

31 DIC. 1952

MALA REPRODUCCION  
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

en

E S P A Ñ A

per VEINTE años

a nombre de TIGTAL BROADHURST LEE COMPANY LIMITED, entidad Británica, establecida en 56 Oxford Street, Manchester, Lancashire, Inglaterra, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE TRATAR UN MATERIAL TEXTIL".

- 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 -

Este invento se refiere a perfeccionamientos en la fabricación de materiales textiles que contienen resina, especialmente tejidos, compuestos total o parcialmente de celulosa, especialmente celulosa regenerada.

5



204239

Sabido es que ciertas propiedades de los tejidos textiles resultan mejoradas cuando los mismos contienen resinas sintéticas, por ejemplo: resinas de urea-formaldehído, que han sido insolubilizados en ellos.

5                    Por ejemplo: los tejidos textiles, especialmente los tejidos celulósicos, pueden hacerse resistentes contra la formación de arrugas, insolubilizando resinas sintéticas dentro, y esencialmente, no entre las fibras del tejido.

10                   También es conocido el hecho de insolubilizar pequeñas cantidades de resina sintética en materiales textiles para producir en ellos efectos mecánicos permanentes, más perfecta resistencia contra la hinchazón en agua y más perfecta firmeza a la luz con respecto a diversas materias colorantes.

15                   Sin embargo, si se emplean resinas de amino-formaldehído para cualquiera de estas finalidades ha sido necesario siempre conservar un equilibrio entre los perfeccionamientos proporcionados por la resina y reducción de la resistencia del tejido contra la abrasión que acompaña a estos perfeccionamientos.

20                   Hemos encontrado ahora que si un material textil compuesto total o parcialmente de celulosa y que contiene ingredientes formadores de resina de melamina/formaldehído o resina mixta de melamina/formaldehído y urea/formaldehído- se calienta para insolubilizar la resina en una atmósfera que contiene una proporción sustancial de vapor precalentado, el material textil resultante muestra una mejora esencial en su resistencia con-



204239

tra la abrasión cuando se le compara con material textil,  
similarmenete tratado, pero calentado para insolubilizar  
la resina en una atmósfera que no contiene una proporción  
sustancial de vapor, sin que exista pérdida apreciable del  
5 perfeccionamiento de las propiedades físicas conferido al  
material textil por la resina insolubilizada.

Conforme al presente invento, el proceso de  
fabricación de un material textil, compuesto total o par-  
cialmente de celulosa y conteniendo, insolubilizada dentro  
10 de las fibras del mismo, mediante el calor, una resina de  
melamina/formaldehido o mixta de melamina/formaldehido y  
urea/formaldehido, comprende la impregnación con una solu-  
ción acuosa de ingredientes formadores de resina de mela-  
mina/formaldehido o de resina mixta de melamina/formalde-  
15 hido y urea/formaldehido, conteniendo dicha solución un  
catalizador ácido para la formación de la resina secando  
y efectuando inmediatamente después el tratamiento térmico  
para insolubilizar la resina en una atmósfera que contenga  
no menos de 10% de vapor recalentado, con lo que se confie-  
20 re a la celulosa una mejora en su resistencia contra la abra-  
sión, si se compara el resultado obtenido con la resisten-  
cia contra la abrasión que resulta cuando se efectúa el  
tratamiento térmico en una atmósfera que no contiene vapor  
o que contiene solo una pequeña cantidad de vapor.

25 Para realizar el invento, es preferible im-  
pregnar un tejido textil-compuesto total o parcialmente  
de celulosa regenerada- con una solución acuosa de un pro-  
ducto intermedio cristaloides de condensación de melamina



204239

y formaldehído o de melamina, urea y formaldehído, conteniendo dicha solución un catalizador ácido para la formación de la resina y secando después el tejido y calentándolo para insolubilizar la resina en una atmósfera que contenga no menos de 10% de vapor recalentado, gracias a lo cual se comunica a la celulosa regenerada una mejora en su resistencia a la abrasión, comparada con la resistencia a la abrasión que se obtiene cuando el indicado tratamiento térmico se realiza en una atmósfera que no contiene vapor o que contiene sólo una pequeña cantidad de vapor.

El contenido en vapor de la atmósfera en la cual se efectúa el tratamiento térmico puede rebasar el 20% o el 33% o incluso el 50% y de hecho puede emplearse una atmósfera que consista sustancialmente en vapor recalentado en su integridad, esto es: tan próxima del 100% en vapor recalentado como sea posible en la práctica.

Todos los porcentajes de vapor aquí citados, se refieren a la presión parcial del vapor expresada como porcentaje de la presión total de aire y vapor, medida esencialmente a la temperatura de la cámara térmica.

Un método conveniente para medir los porcentajes de vapor se da en nuestra solicitud británica Nº 11735/51

Por "vapor recalentado" queremos dar a entender vapor de agua por encima de la temperatura a la cual puede existir en equilibrio con agua, a la temperatura y presión de la atmósfera usada para insolubilizar la resina. Preferimos trabajar sustancialmente a la presión atmosférica.

El porcentaje de esta resina de melamina/formaldehído o resina mixta de melamina/formaldehído y



204230

urea/formaldehído, insolubilizada en el material textil, depende del efecto deseado. Preferentemente, el porcentaje será aquél que preste al material textil resistencia contra el arrugamiento, especialmente una recuperación desde el arrugamiento comparable con la de tejidos que contienen lana de primera calidad pero también pueden obtenerse resultados útiles con menores porcentajes de tal resina, o también cuando el tejido contiene más que las proporciones habituales de dichas resinas.

10 El proceso del presente invento resulta ventajoso, no solamente con sustancias formadoras de resina de melamina/formaldehído, que contengan tres proporciones moleculares de formaldehído por una proporción molecular de melamina, sino también con aquellas sustancias formadoras de resina de melamina/formaldehído que contengan mayores cantidades de formaldehído que las indicadas.

Es sabido que la inclusión de cantidades de formaldehído, mayores que las normales, por ejemplo: mayores que tres proporciones moleculares de formaldehído por una proporción molecular de melamina - en la sustancia que forma la resina de melamina/formaldehído, produce una resina de mayor fiijeza para el lavado y con otras valiosas propiedades pero el tejido resulta reblandecido y no posee, en general, valor comercial.

25 Hemos encontrado que si se calienta un material textil, especialmente un tejido, que contiene sustancias que formen resina de melamina/formaldehído, para



204239

insolubilizar la resina dentro de la fibra en una atmósfera que contenga una proporción sustancial de vapor recalentado, pueden ser incorporadas a la resina, proporciones moleculares de formaldehído respecto a melamina mayores que las de 5 3 a 1, y que las ventajas obtenidas y arriba mencionadas así como, al mismo tiempo, el material textil resultante, demuestra mejoras esenciales en su resistencia a la abrasión, si se la compara con un material textil, tratado similarmente, pero calentado para insolubilizar la resina en una 10 atmósfera que no contenga una proporción sustancial, sin pérdida apreciable del perfeccionamiento de las propiedades físicas, comunicado al material textil por la resina insolubilizada. La melamina puede ser reemplazada por una melamina sustituida, por ejemplo: por una melamina alquílica.

15 Si la resina es una resina mixta de melamina/formaldehído y de urea/formaldehído, la proporción de formaldehído puede ser tal que haya más de tres proporciones moleculares por cada proporción molecular de melamina y más de 1.6 proporciones moleculares por cada 20 proporción molecular de urea.

Sean normales o mayores que las normales las proporciones empleadas de formaldehído, el porcentaje de resina insolubilizada en el material textil depende del efecto deseado. Pueden insolubilizarse pequeños porcentajes de resina para obtener la estabilización, mientras que la insolubilización de más amplos porcentajes 25 de resina puede aplicarse para conseguir resistencia contra el arrugamiento.

31 DIC. 1952



317  
20423

El material textil, tratado de acuerdo con la presente invención, comprende preferentemente celulosa regenerada. Si no consiste enteramente en celulosa regenerada, resulte lo más conveniente que contenga más del 50% en peso de la misma. Preferentemente, sin embargo, consiste íntegramente o esencialmente (es decir: más de cerca del 80% de peso) en celulosa regenerada. La celulosa regenerada es, preferiblemente, rayón de viscosa, pero puede ser, por ejemplo, rayón cuproamoniacoal. El invento posee un valor particular cuando la celulosa regenerada consiste en rayón de viscosa hilado.

Al practicar el presente invento, resulta preferible impregnar el material textil en forma de tejido con un producto de condensación de melamina/formaldehído cristaloides o con una mezcla de productos de condensación cristaloides de melamina/formaldehído y urea/formaldehído en disolución acuosa que contiene un catalizador ácido, separando del tejido los reactivos excedentes, secando dicho tejido y calentándolo después en la atmósfera que contiene vapor recalentado para completar la condensación, esto es: para insolubilizar la resina. El catalizador ácido con el que se cataliza la solución acuosa de antemano puede ser un ácido, una mezcla de ácidos, una mezcla de un ácido con una sal, o preferiblemente, una sustancia que sea capaz de convertirse en ácido (o más ácido, por ejemplo: una mezcla de cloruro cálcico y ácido bórico) o de liberar ácido que se libere durante



# 204239

el tratamiento (por ejemplo: tiocianato amónico, fosfato amónico secundario o cloruro de aluminio) u otra sustancia que de cualquiera otra manera sea capaz de aumentar la acidez de la solución impregnante.

5 El presente invento puede ser realizado con cualquier producto de condensación sintético de melamina/formaldehído, capaz de penetrar dentro de la fibra y de ser insolubilizado en ella por calentamiento; por ejemplo pueden emplearse los diversos compuestos de melamina de metilol alcohólico, por ejemplo: BT. 309 (un producto comercial de la Beetle Products Co. Ltd.) lo mismo que los compuestos de melamina de metilol, por ejemplo: BT. 314 (un producto comercial vendido por la Beetle Products Co. Ltd.) Aerotex 605 (un producto comercial vendido por la American Cyanamid Co. de Est. Unid). Como ya se ha indicado, el invento posee un valor particular cuando se aplica a tejidos de algodón o de rayón de celulosa, especialmente cuando han sido tratados con los productos intermedios de condensación de las resinas sintéticas con la finalidad de hacerlos resistentes al arrugamiento.

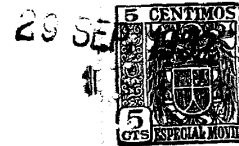
10

15

20

Una disolución de un producto intermedio de condensación de resina mixta de melamina/formaldehído y urea/formaldehído, de bajo peso molecular y capaz de penetrar en fibras textiles, puede ser preparada de dos maneras: se prepara un producto intermedio de condensación de melamina/formaldehído y un producto intermedio de condensación de urea/formaldehído, se mezclan ambos y se

25



204239

catalizan convenientemente; o se mezclan alternativamente melamina y urea y después se las condensa parcialmente con formaldehído antes de catalizar. Puede usarse en el primer método un producto intermedio de condensación de melamina/formaldehído ya preparado, como los BT 314 o BT 309 (productos comerciales en venta por la Beetle Products Co. Ltd.) La técnica general para preparar un producto intermedio de condensación de urea/formaldehído puede estar de acuerdo con nuestra Patente Británica Nº 449.243.

El invento presente puede ser realizado mediante mezclas de productos intermedios de condensación de melamina/formaldehído y urea/formaldehído, capaces de ser insolubilizados por el calor; por ejemplo: pueden emplearse melamina de metilol y urea de metilol, melamina de metilol alquílica y urea de metilol, melamina de metilol y urea de metilol alquílica o melamina de metilol alquílica y urea de metilol alquílica.

Quando se usan sales amónicas como catalizadores es posible incorporar latex de caucho natural y sintético a la mezcla de reacción; también es posible incorporar reactivos tales como el cloruro de estearamidometilpiridinio o de octadeciloximetil-piridinio o aquellos compuestos organo-silíceos que confieren propiedades impermeables al agua (véase la Memoria británica Nº 27802/49). Quando se emplean sales de ciertos metales como catalizadores, es posible también incluir emulsio-





# 204239

ne una proporción sustancial de vapor recalentado para completar la condensación de la resina.

Durante el secado o inmediatamente después, el tejido impregnado puede ser sometido a distorsión mecánica que se convertirá subsiguientemente en permanente gracias a la insolubilización de la resina de melamina/formaldehído, o mixta de urea/formaldehído y melamina/formaldehído, por ejemplo: es posible calandrar, dar aguas, dar relieves o producir efectos de glasé mediante fricción o plisar. Durante el secado es también posible encoger el tejido sobre un marco convenientemente equipado o sobre una máquina para producir un encogimiento controlado por compresión.

El efecto beneficioso de la resina sintética para conferir resistencia contra el arrugamiento o producir efectos mecánicos permanentes o mejorar la firmeza a la luz de algunas materias colorantes, etc., resulta esencialmente inafectado si se efectúa el tratamiento en una atmósfera que contenga vapor recalentado.

El invento será ilustrado mediante los siguientes ejemplos y Tablas, aunque no quede limitado por ellos.

EjemPlo 1º : Se preparó una disolución al 10% en agua de un producto intermedio de condensación de melamina de trimetilol (BT 314 vendido por la Beetle Products Co. Ltd.) y se catalizó con 5% de fosfato secundario amónico sobre el peso del BT 314 sólido.

Este reactivo fué empleado para el trata-

3101



# 204239

miento de un tejido formado por una mezcla de 16% en peso de lana y 84% en peso de rayón de viscosa de anchura normal. Cada muestra del tejido fué impregnado de modo que retuviese cerca del 100% de su peso del líquido, secada a

5    baja temperatura y después calentada a presión atmosférica en una atmósfera que contiene vapor recalentado (curada al vapor) durante 4 minutos a 145°C. Se lavan después las muestras durante 2 minutos en jabón al 1/4% y solución de cenizas de sosa al 1/4% a 90°C, se enjuagan en

10    agua fría y finalmente se secan. Una de las muestras, para comparación, fué calentada durante 4 minutos a 145°C, en una atmósfera que no contiene vapor recalentado (curada en seco).

El efecto sobre la resistencia contra la

15    abrasión (tal y como lo mide el ensayo el desgaste por anillo) en relación con el incremento de la proporción de vapor seco, cuando los tejidos antes citados son curados al vapor, se demuestra en el Cuadro 1º siguiente:

## CUADRO PRIMERO

20	<u>Contenido en vapor en %</u>	<u>Mejora en % del ensayo de desgaste por anillo sobre el tejido tratado con vapor seco.</u>
	18	3
	20	15
	35	29
	50	38
25	70	60
	95	88



204230

Ello muestra que la resistencia contra la abrasión resulta grandemente mejorada, mediante el incremento de la proporción de vapor seco en la atmósfera, en la cual el tejido es curado al vapor.

- 5 EJEMPLO 2º : Se impregnan diversas muestras de tejido de algodón cada una con una de cuatro diferentes mezclas de reacción, de modo que se retenga cerca de un ciento % de su peso en líquido y se secan a baja temperatura. Algunas muestras se calientan (se curan) a presión atmosférica durante 3 1/2 minutos a 150°C, en una atmósfera que no contiene vapor añadido (más adelante indicadas como curadas en seco y mencionadas en el Cuadro 2º por D) y algunas muestras se calientan (curan) a presión atmosférica durante 3 1/2 minutos a 150º, en una atmósfera que contiene 90-95% de vapor (más adelante indicadas como curadas al vapor y mencionadas en el Cuadro 2º por S). Todas las muestras son lavadas después durante 2 minutos a 80°C en 1/4% de jabón y 1/4% de solución de carbonato sódico, se enjuagan en agua fría y finalmente se secan.

- 20 Algunas de las muestras no han sido mercerizadas (mencionadas en el Cuadro 2º por N) otras han sido previamente mercerizadas -esto es: han sido mercerizadas antes del tratamiento con resina (mencionadas en el Cuadro 2º por P); otras han sido mercerizadas posteriormente -esto es: después del tratamiento con resina (mencionadas en el Cuadro 2º por A) y algunas han sido mercerizadas antes y después del tratamiento con resina (mencionadas en el Cuadro 2º por PA).



204237

La mercerización se efectuó con solución acuosa de sosa cáustica (Peso específico: 1.315) bajo condiciones que permiten tenga lugar un encogimiento en un 10% de la urdimbre y trama.

5 Las cuatro mezclas de reacción fueron las siguientes:

- A: Una solución en agua al 10% del producto intermedio de condensación de melamina de trimetilol (vendido por la Beetle Products Co. Ltd. como BT 314).
- 10 B: Una solución en agua al 18% del producto intermedio de condensación de urea de metilol metilada (vendido por la Beetle Products Co. Ltd. como BT 303).
- C: Una solución en agua conteniendo 6.7% del producto intermedio de condensación de urea/formaldehído y
- 15 8% del producto intermedio de condensación de melamina de trimetilol (vendido por la Beetle Products Co. Ltd. como BT 314).
- D: Una solución en agua conteniendo 8% del producto intermedio de condensación de melamina de trimetilol (BT 314) y 5% del producto intermedio de condensación de urea de trimetilol metilada (BT 303).
- 20

Los porcentajes arriba expresados se basan en el peso de la amina y del formaldehído. Todas las mezclas de reacción han sido catalizadas con 5% de fosfato amónico secundario, basado en el peso de la amina y del formaldehído disuelto.

25

Las terminaciones y pasadas de las mues-

29 SEP 1956



24239

5 tras en el Cuadro 2º han sido dadas para mostrar que es posible, bajo ciertas condiciones, si el tejido ha sido curado al vapor, obtener la resistencia contra el arrugamiento (C.R.) y la resistencia contra la abrasión (como demuestra la prueba del desgaste por anillo) en un tejido de algodón mercerizado posteriormente, por el encogimiento asociado.

CUADRO 2º

Mezcla de reacción	Mercerización.	Curado	TEJIDOS		(C.R.)		Ensayo al desgaste por anillo.
			Terminaciones	Pasadas	Urdimbre	Trauma	
			(por 2.5 cm)				
A	N	D	72	64	3.4	3.4	580
A	N	S	73	65	3.0	3.1	1160
A	A	D	76	70	2.6	2.75	2240
C	P	D	75	69	3.63	3.50	615
C	P	S	75	68	3.15	3.13	1113
C	PA	D	78	72	3.18	3.03	958
B	N	D	74	68	3.65	3.5	172
B	N	S	70	64	3.25	2.95	493
B	A	D	75	68	3.05	3.15	420
D	N	D	73	63	3.6	3.25	318
D	N	S	73	64	3.2	3.0	590
D	A	D	77	71	2.75	2.65	927

204239



204239

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Gran Bretaña el 27 de Junio de 1951, bajo el número 15.206/51, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

- O - N O T A - O -

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 1. - Un procedimiento de tratar un material textil compuesto total o parcialmente de celulosa que comprende la impregnación con una solución acuosa de ingredientes formadores de resina de melamina formaldehído o de ingredientes formadores de resina mixta de melamina formaldehído y urea formaldehído, conteniendo dicha solución un catalizador ácido para la formación de la resina, secar y  
15 calentar para formar resina insoluble caracterizado porque dicho calentamiento se lleva a cabo en una atmósfera que no contiene menos de 10% de vapor de agua recalentado con lo cual se confiere a la celulosa una mejora en la

204239

31DIO



204239

resistencia a la abrasión en comparación con la resistencia a la abrasión que se obtiene cuando dicho calentamiento se efectúa en una atmósfera que no contiene vapor o que contiene sólo una pequeña cantidad solamente de vapor de agua seco.

5

2ª. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1, caracterizado porque se trata un tejido textil compuesto total o parcialmente de celulosa regenerada y porque se usa una solución acuosa de un producto de condensación cristaloides intermedio de melamina y formaldehído o de melamina, urea y formaldehído, conteniendo dicha solución un catalizador ácido para la formación de la resina.

10

3ª. - Procedimiento según se reivindica en el punto 1 ó en el punto 2, caracterizado porque la resina es una resina de melamina-formaldehído en la cual la proporción molecular de formaldehído a melamina es mayor de 3 a 1.

15

4ª. - Un procedimiento según se reivindica en el punto 1, o en el 2, caracterizado porque la resina es una resina mixta de melamina-formaldehído y de urea-formaldehído, en la cual la proporción de formaldehído es tal que hay más de tres proporciones moleculares por cada proporción molecular de melamina y más de 1,6 proporciones moleculares por cada proporción molecular de urea.

20

25

5ª. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 4, caracterizado por-

204237 310



204237

que el catalizador es una sustancia capaz de volverse ácida o más ácida o de poner en libertad ácido durante el tratamiento.

5 6º. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 5, caracterizado porque la atmósfera contiene no menos de 20% de vapor recalentado.

10 7º. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 5, caracterizado porque la atmósfera contiene no menos de 50% de vapor de agua recalentado.

15 8º. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos 1 a 5, caracterizado porque la atmósfera consiste en esencia sustancialmente en su totalidad en vapor de agua recalentado.

20 9º. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque se insolubiliza dentro de las fibras y no sustancialmente entre ellas, tal porcentaje de resina de melamina formaldehído o de resina mixta de melamina formaldehído y urea formaldehído que sea suficiente para dar una resistencia mejorada a la formación de arrugas.

25 10º. - Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado porque el material textil consiste total o sustancialmente en rayón de viscosa.

204239

31



204239

11º. - Un procedimiento de tratar un material textil.

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

5 Esta Memoria consta de diecinueve hojas escritas por una sola cara.

31 DIC. 1952

Madrid,

P. A.

Alberto de Elzaburu  
Por Poder.  
*Arle*