

222929



PATENTE DE INTRODUCCION

Ref. 4923/6.

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS DE
CONDENSACION PARA HACER LOS TEJIDOS INARRUGABLES".

Solicitantes: BOZEL-MALETRA, Société Industrielle de
Produits Chimiques, entidad francesa,
residentes en: 38, rue de Lisbonne,
PARIS, Francia.

Se sabe que se pueden obtener efectos de inarrugabilidad sobre tejidos produciendo una condensación de su materia constitutiva, por ejemplo, la celulosa, con compuestos metilolados de la urea o de la melamina. Estas condensaciones se efectúan en presencia

5. de catalizadores ácidos, tales como el nitrato de amonio, el sulfato de amonio, el cloruro de aluminio, el ácido oxálico y cuerpos análogos.

En presencia de estos catalizadores ácidos,

10. los compuestos metilolados antedichos son, sin embargo,

222929 - 6 AGO



- muy inestables, de modo que los baños de tratamiento, una vez preparados, no pueden conservarse más que durante una duración muy limitada, por lo general, durante algunas horas solamente; pasado este tiempo
15. se produce una precipitación, con lo que se inutiliza el baño totalmente; además ya antes de este límite final la eficacia del baño disminuye: un baño preparado de nuevo da efectos muy superiores a un baño preparado después de algunas horas. Hasta en ausencia de catalizadores, la estabilidad de estos productos metilolados es muy limitada, lo cual disminuye considerablemente la aptitud al almacenado de los productos mismos.
20. La inestabilidad de los productos y de los baños de tratamiento repercute de un modo muy desfavorable sobre su posibilidad de utilización práctica; se han hecho también numerosas tentativas para aumentar la estabilidad de estos compuestos y se han propuesto algunos procedimientos con dicho objeto, particularmente la adición de sustancias de peso molecular elevado,
25. solubles en agua y que no se ponen en reacción con los compuestos metilolados, tales como los ésteres o éteres de la celulosa, soluble en agua. Sin embargo, ninguno de estos medios propuestos ha permitido hasta ahora
30. aumentar sensiblemente la estabilidad de estos compuestos metilolados. También en muchos casos, la solución práctica adoptada actualmente es la fabricación "in situ" de estos compuestos metilolados justamente antes de la preparación del baño de tratamiento de los artículos textiles. Esto representa una gran complicación técnica por las razones siguientes: por una parte, siendo
35. 40.



los baños de tratamiento en sí muy inestables, es preciso efectuar un número relativamente muy elevado de pequeñas operaciones de fabricación de compuestos metilolados; por otra parte, la fabricación misma de estos productos, precisamente a causa de su gran estabilidad, es muy delicada. Se trata, pues, en este caso, de una fabricación química, cuya ejecución presenta dificultades técnicas importantes y muy malas condiciones desde el punto de vista del costo del producto.

45. Ahora bien, la Sociedad solicitante ha descubierto, que se podían obtener compuestos metilolados extremadamente estables, dando a los textiles a base de celulosa (fibrana-viscosa, rayon-viscosa, algodón, etc.) una excelente propiedad inarrugable y si se le aplica el procedimiento de fabricación siguiente que constituye el objeto de la presente invención.

50. Se condensa urea, en medio ácido, sobre gliosal; el producto obtenido se condensa después, en medio alcalino, con una cantidad de formaldehído, tal que solo una parte de los átomos de hidrógeno cambiables contra grupos metilolados se reemplace por tales grupos; se efectúa después una condensación, en medio ácido con un alcohol graso en C^{10} a C^{20} , en tal proporción que solo una parte de los grupos metilolados presentes se se eterifique por alcohol graso; el producto obtenido se condensa por último de nuevo en medio alcalino, con formaldehído y urea.

60. Los productos de condensación así obtenidos, forman una pasta blanca de granulación extremadamente fina, que dan con el agua emulsiones lechosas, muy homo-

70.



géneas. Tienen una estabilidad prácticamente absoluta hasta en presencia de catalizadores ácidos, y los baños de tratamiento preparados a partir de estas pastas pueden conservarse durante períodos prácticamente ilimitados.

75. Si solo se precisa un período de almacenado de algunos meses, también se puede añadir a estos productos, tan pronto tiene lugar su fabricación, el catalizador ácido necesario para la reacción con la celulosa, es decir, un catalizador del tipo indicado al principio de la presente memoria.

80.

Eligiendo convenientemente la cantidad del producto de condensación a base de alcohol graso y la longitud de la cadena carbonada del alcohol graso empleado, se puede también, si se desea, dar a los textiles a ennoblecen, a la vez que una excelente inarrugabilidad, una buena hidrofugación. Por el contrario de lo que sucede con los procedimientos hasta ahora conocidos, se puede al mismo tiempo dar a los textiles a tratar, si así se desea, un tacto suave, muy agradable, sin disminuir el excelente efecto de inarrugabilidad. Pero además de todas las ventajas que quedan mencionadas, el presente procedimiento se distingue de los métodos empleados hasta ahora, para hacer los tejidos inarrugables, por otra característica que representa un gran progreso técnico; mientras que todos los procedimientos de inarrugabilidad conocidos iban hasta ahora acompañados inevitablemente de una disminución de la resistencia de los textiles a la rotura y al rozamiento, el tratamiento de las fibras textiles por los productos que constituyen el objeto de la presente invención no influye desfavorablemente las propie-

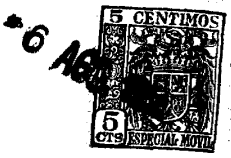
85.

90.

95.

100.

922929



105. dades mecánicas de las fibras, sino que aumenta, por el contrario, en la mayoría de los casos, las propiedades de resistencia mecánica de la materia textil. Los efectos obtenidos resisten además perfectamente la lejía ligera habitualmente empleada para los textiles de esta clase.

110. La primera fase A del procedimiento es la condensación de la urea con el glioxal en medio ácido; según una técnica conocida, se parte, de preferencia, de una solución acuosa de glioxal, se la añade urea en exceso con relación a la proporción teórica de 2 moléculas por molécula de glioxal para la formación de acetileno-diurea (o glyosal-diurea), se acidula, por ejemplo, con ácido clorhídrico y se calienta a la ebullición para obtener un precipitado blanco de acetileno-diurea.

115. La segunda fase B es la de la condensación del acetileno-diurea con el formaldehido en medio alcalino, para la obtención de derivados metilolados. Para que el producto final ofrezca las propiedades requeridas, es conveniente que la cantidad de formaldehido utilizada sea inferior a aquélla para la cual los 4 átomos de hidrógeno activos unidos al nitrógeno en la molécula de acetileno-diurea, fueran todos substituídos por grupos de metilol.

120. La proporción de formaldehido utilizada puede variar entre límites bastante amplios y, según las propiedades requeridas para el producto final, el número de grupos de metilol puede variar, por ejemplo, de 2,5 a 3,5 por molécula de acetileno-diurea.

125. La fase siguiente C comprende dos opera-

130.



ciones que pueden ejecutarse sucesivamente, pero también simultáneamente, a saber, la policondensación del producto de la fase B y la condensación del producto policondensado con un alcohol graso.

135.

Los alcoholes grasos utilizables para la condensación con las metilol acetileno-diureas son, de preferencia, alcoholes alifáticos saturados, de cadena recta o ramificada, que tienen de 10 a 20 átomos de carbono; se pueden utilizar no tan solo alcoholes in-

140.

dividuales sino también mezclas industriales de alcoholes, tales como los que se obtienen por oxidación de la parafina y por otros procedimientos de síntesis; los alcoholes utilizados de preferencia son los que comprenden exclusiva o principalmente 12 a 18 átomos de carbono.

145.

Aquellos que poseen por lo menos 12 átomos de carbono permiten dar a los textiles tratados por el producto final del procedimiento un tacto suave parecido al de la lana, e impedir una disminución de la solidez mecánica de las fibras. Según que se les haga entrar en proporción mayor o menor en el producto final, las propiedades hidrófugas de los textiles tratados con este producto son más o menos apreciables.

150.

Durante la fijación del alcohol graso sobre las moléculas de metilol acetileno-diurea, hayan sido o no condensadas previamente, es conveniente introducir un emulgante en la solución acuosa de metilol acetileno-diurea antes de efectuar la condensación con el alcohol graso; esta condensación se ejecuta en el medio ácido anteriormente previsto para la policondensación de los compuestos metilolados o después de haber acidulado la

155.

160.



solución acuosa de estos compuestos, con objeto de efectuar simultáneamente su policoncentración y la condensación con el alcohol graso.

165. La última fase D del procedimiento es la condensación, en medio alcalino del producto de la fase C con la urea y el formaldehído o un producto de su condensación previa, de preferencia la dimetilolurea. El primer modo de actuar se elige de preferencia puesto que permite evitar una condensación de la dimetilolurea o producto análogo sobre sí mismo, como se produce cuando se condensa aparte la urea con el formaldehído y suprimir así la formación de sustancias secundarias que disminuyen las cualidades de inarrugabilidad del producto final. Es recomendable utilizar el formaldehído en razón de dos moléculas por molécula de urea y, de todos modos, es preciso considerar que por debajo de 1,6 molécula, la cantidad requerida para el producto final destinado a los tratamientos de los textiles se compromete seriamente.
170. El ejemplo, según se ilustra en la invención y el modo de utilizar el producto final del procedimiento descrito anteriormente para tratar textiles, con objeto particularmente, de hacerlos inarrugables.
175. El ejemplo, según se ilustra en la invención y el modo de utilizar el producto final del procedimiento descrito anteriormente para tratar textiles, con objeto particularmente, de hacerlos inarrugables.
180. El ejemplo, según se ilustra en la invención y el modo de utilizar el producto final del procedimiento descrito anteriormente para tratar textiles, con objeto particularmente, de hacerlos inarrugables.

E J E M P L O -

185. Se disuelven 2,5 moléculas-gramos de urea en una solución acuosa de glioxal que encierra 1 molécula gramo de glioxal a una concentración de 8 a 15%. Se añaden después como catalizador, un poco de ácido clorhídrico, después se calienta a la ebullición durante poco tiempo y se deja después refrigerar. El acetileno-diurea precipitado se separa, se lava con agua y después
190. Se disuelven 2,5 moléculas-gramos de urea en una solución acuosa de glioxal que encierra 1 molécula gramo de glioxal a una concentración de 8 a 15%. Se añaden después como catalizador, un poco de ácido clorhídrico, después se calienta a la ebullición durante poco tiempo y se deja después refrigerar. El acetileno-diurea precipitado se separa, se lava con agua y después



195. se pone en suspensión en una cantidad tal de solución de formaldehído a 30% que tenga unas 3 moléculas de formaldehído por 1 molécula de acetileno-diurea. Después se alcaliniza y se calienta a unos 60 a 80°, de modo que se disuelva el acetileno diurea; se forma una metilol-acetileno-diurea que se precipitaría en parte de la solución en el momento de la refrigeración. Sin embargo, no se provoca esta precipitación; se acidula, por el contrario, la solución aún caliente, por ejemplo, por medio de un poco de ácido acético y se la calienta después a la ebullición durante un tiempo suficiente para que al refrigerarse no tenga lugar precipitación alguna.
200. En 50 partes en peso de esta solución se disuelve 1 parte en peso de un sulfonato de alcohol graso (por ejemplo, de sulfonato obtenido por sulfonación de alcohol cetílico con ácido clorosulfónico después de neutralización con una lejía de sosa cáustica), luego se emulga con 20 partes en peso de alcohol cetílico y se calienta la mezcla a la ebullición, con una agitación enérgica, durante 2 a 3 horas. Para estabilizar la emulsión, se añaden después 3 partes en peso de un producto de condensación de un alcohol graso con una cantidad de óxido de etileno tal que el producto de condensación obtenido sea bien soluble en el agua y se emulgue la mezcla obtenida con 30 partes en peso de parafina; por último, se refrigera la mezcla a la temperatura ordinaria añadiéndola, con agitación, una cantidad correspondiente a 10 veces su peso de una solución acuosa fría de formaldehído a 30%. Se disuelve en ella después la cantidad de urea correspondiente estequíometricamente a la cantidad de formal-
- 205.
- 210.
- 215.
- 220.

222929

6 AGO 1943



225. dehidado después se alcaliniza la solución y se la calienta durante 1 hora con agitación a unos 40 a 50°. La emulsión que era inicialmente un blanco lechoso toma ahora el aspecto de una emulsión aceitosa; se la neutraliza. Al refrigerarse, esta emulsión se toma en masa y da una pasta blanca.

230. Si se desea añadir al producto, una vez terminada su fabricación, el catalizador ácido necesario para la reacción con la celulosa, se pone esta última en solución acuosa concentrada y se la añade en esta forma a la pasta; se homogeniza luego la mezcla en un aparato adecuado.

235. Para el tratamiento de la fibra textil, se disuelven 180 a 200 gramos de esta pasta por litro de agua, después se impregna con esta solución, el tejido a ennoblecen; se orea después de tal modo que la cantidad de baño de tratamiento restante sobre el tejido corresponde aproximadamente al peso seco de la fibra textil; después se seca, luego se calienta durante algunos minutos a una temperatura de 120 a 140° para provocar la condensación.

- NOTA -

245. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que los procedimientos anteriormente indicados, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE PRODUCTOS

250.



DE CONDENSACION PARA HACER LOS TEJIDOS INARRUGABLES";
caracterizándose por lo siguiente:

255. 1º - Procedimiento para la obtención de productos de condensación para hacer los tejidos inarrugables, caracterizándose por el hecho que se condensa urea con glioxal en medio ácido, se condensa después, en medio alcalino, el producto obtenido con formaldehído en una proporción tal que una parte solamente de los átomos de hidrógeno activo del producto de la primera condensación se reemplace por unos grupos de metilol, efectuándose después, en medio ácido, una condensación del producto metilolado con un alcohol graso que tenga de 10 a 20 átomos de carbono en una proporción tal que una parte solamente de los grupos de metilol se eterifique con el alcohol graso y se condensa por último en medio alcalino, el producto parcialmente eterificado con formaldehído, y urea en razón de unas 2 moléculas de formaldehído por molécula de urea.
260. 2º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que antes de efectuar la tercera condensación se somete a una condensación sobre sí mismo, en medio ácido y haciendo hervir su solución acuosa, el producto metilolado resultante de la segunda condensación.
265. 3º - Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1 o 2, caracterizándose por el hecho de que, para efectuar la condensación final, se prepara, previamente, en medio alcalino un producto de condensación del formaldehído y de urea que se condensa después con el producto parcialmente eterificado por
- 270.
- 275.
- 280.



el alcohol graso.

285. 4º - Procedimiento, según lo especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose por el hecho de que, en la primera fase, se hace reaccionar una molécula de glioxal con un poco más de dos moléculas de urea, con objeto de obtener esencialmente la acetileno-diurea.
290. 5º - Procedimiento, según lo especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizándose por el hecho de que se utiliza un alcohol graso que posee más de 12 átomos de carbono, en proporción suficientemente grande para conferir una mejor aptitud para impulsar el agua a los textiles tratados por el producto final.
295. 6º - Procedimiento, según lo especificado en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizándose por el hecho de que, en la segunda fase, se regula la cantidad de formaldehído utilizada para que el número de grupos de metilol por molécula de acetileno-diurea no exceda de 3,5 y que, de preferencia esté comprendida entre 2,5 y 3,5.
300. 7º - Procedimiento, según lo especificado en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizándose por el hecho de que, en la última fase, se utiliza el formaldehído en razón a más de 2 moléculas por molécula de urea.
305. 8º - Procedimiento, según lo especificado en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizándose por el hecho de que se añade al producto final un catalizador ácido a los efectos de la condensa-
- 310.

222929-6



ción con el material textil a tratar.

315.

9º - Procedimiento para la obtención de productos de condensación para hacer los tejidos inarrugables; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria, que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

- 6 AGO. 1955

BOZEL-MALETRA, SOCIÉTÉ INDUSTRIELLE
DE PRODUITS CHIMIQUES,

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
P.º