

AÑO

Expediente num. **243647**



243647

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCIÓN

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE INVENCIÓN** por 20 años, en España

a favor de

FARBWERKE-HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT vormals, de nacionalidad
Meister Lucius & Brüning
Alemana domiciliado en Frankfurt (M)-Hoechst
(República Federal Alemana)
calle de núm.

por:

«PROCEDIMIENTO PARA LA FIJACION DE MATERIAL TEXTIL DE POLIES-
TERES»

Nº 7946

Agente Sr. Agudo



243647

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

a favor de:

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormalis Meister Lucius & Bruning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M)-Hoechst, República Federal Alemana, por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA FIJACION DE MATERIAL TEXTIL DE POLIESTERES"

- - - - -

Memoria descriptiva

Es sabido que los tejidos de fibras de poliésteres, es decir de fibras constituidas por productos de condensación de ácido tereftálico con glicol de etileno, pueden ser fijados mediante la acción de calor o la influencia de hidrocarburos alifáticos clorados. Por fijación se entiende la recepción y respectivamente obtención definitiva de la constancia de la forma, pudiéndose simultáneamente verificar una modificación de la imagen del producto, por ejemplo un aumento de la compacidad del hilo o del encrespado.

Sin embargo, estos procedimientos poseen inconvenientes que dificultan su empleo en la práctica. La fijación por medios mera-



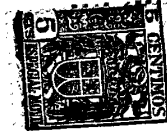
243647

15 mente térmicos, con o sin mantenimiento de una determinada tensión del tejido, requiere instalaciones mecánicas caras y que trabajen con extraordinaria precisión, así como la aplicación de elevadas cantidades de energía. Además de la inseguridad en lo que se refie-

20 El tratamiento de tejidos de poliésteres con hidrocarburos alifáticos clorados requiere, por la elevada volatilidad de estas substancias y su efecto tóxico, aparatos cerrados con instalación de recuperación, los cuales sólo en contados casos existen en la industria textil.

25 Para material de color quedan excluidos dichos métodos de tratamiento, porque los disolventes que son de considerar, por ejemplo el tricloroetileno, tetracloroetano, cloruro de metileno, cloruro de etileno, cloroformo, etc., separan con gran facilidad por solución las materias colorantes de dispersión empleadas esencialmente para teñir o estampar fibras de poliésteres, es decir
30 las materias colorantes contenidas en estado de solución o de fina distribución en la fibra, aclarando o eliminando por completo los colores.

35 Ahora bien, se ha comprobado que, de una manera notablemente mejor adaptada a la técnica textil, puede conseguirse una fijación de los tejidos de poliésteres con los disolventes orgánicos no muy solubles en agua y que se evitan por completo o se reducen considerablemente los inconvenientes si se emplean los disolventes en forma de emulsiones, y especialmente de emulsiones en estado de fina distribución, o preferiblemente de soluciones acuosas co-
40 loidales.



243647

Como disolventes son de considerar aquellos que no son solubles en agua o que por lo menos no son solubles en medida considerable. Además de dioxano o de alcohol bencílico, son adecuados por ejemplo los hidrocarburos clorurados aromáticos, como el mono-clorobenzol, y ante todo los hidrocarburos clorurados alifáticos, y especialmente aquellos que contienen 2 átomos de cloro en la molécula. Menciónense a título de ejemplo: cloruro de metileno, cloruro de etileno, cloruro de propileno, cloruro de butileno, cloroformo, tricloroetileno, pentacloroetano, tetraclorobutano. Naturalmente, pueden también emplearse mezclas de varios disolventes.

Por emulsiones, se entiende la subdivisión en forma de partículas del disolvente líquido, siendo el tamaño de cada partícula, por ejemplo, entre 2 y 20 o más. Con especial ventaja pueden emplearse subdivisiones en las cuales el diámetro de las partículas es inferior a dicha magnitud y en las cuales se trata de una solución coloidal o de una solución verdadera. Entre las soluciones verdaderas y las emulsiones, para las cuales la literatura científica (véase "Kolloidchemische Grundlage der Textilveredlung" por el Dr. E. Valko, Berlín, Verlag von Jul. Springer, 1937, pág. 603) fija el límite para la distribución de un líquido en forma de emulsión en un diámetro de gotita de los valores anteriormente indicados, pueden también observarse estados intermedios en los cuales el disolvente y respectivamente la mezcla disolvente, se encuentra en una distribución más o menos coloidal. Estas soluciones tienen un aspecto claro hasta opalino.

Corrientemente, son suficientes diluciones relativamente grandes de las preparaciones según la invención de los mencionados



243647

70 disolventes. En general, se trabajara con emulsiones al 5-15 % de los productos mencionados para conseguir el fin propuesto dentro de los tiempos adaptados a las necesidades técnicas. El contenido en porcentaje de la emulsión depende del disolvente empleado.

75 Mientras que cuando se emplea cloruro de metileno basta corrientemente un contenido del 5-10 %, cuando se emplea cloroformo hay que elegir un contenido de disolvente algo superior. En general puede decirse que la concentración mínima de disolvente en la emulsión o en la solución coloidal tiene que ser del 3 % aproximadamente. Naturalmente, también el empleo de concentraciones superiores a las anteriormente indicadas es posible, aunque no necesario en la mayoría de los casos. Por razones prácticas, no se emplearán productos con un contenido de disolvente superior al 20 - 25 %.

80 La relación entre el disolvente y el material textil es corrientemente, cuando se emplea cloruro de metileno, de aproximadamente 1 : 5 hasta 1 : 6, dependiendo en cierto modo del disolvente empleado. El empleo de soluciones coloidales es particularmente ventajoso.

85 Como emulgentes para los disolventes mencionados son de considerar tanto productos de aniones activos como compuestos de actividad superficial no ionógenos. Menciónense a título de ejemplo los : alquilarilsulfonatos, alquinaftalinsulfonatos, productos de condensación de ácidos grasos con aminoácidos o albúmina y respectivamente productos de desintegración de la albúmina, sulfatos de alcoholes grasos, ésteres de ácido fosfórico de alcoholes de elevado peso molecular, éteres poliglicólicos de ácidos grasos, alcoholes grasos o alquilfenoles, pudiéndose también esterizar ul-
90 teriormente los éteres poliglicólicos con ácido sulfúrico o ácido
95



243647

fosfórico. Naturalmente, en lugar de productos homogéneos pueden también emplearse mezclas de emulgentes. Para aumentar la estabilidad, pueden también emplearse materias de efecto coloidal protector como por ejemplo compuestos de albúmina, metilcelulosa, alcohol polivinílico y sus derivados y similares.

100

La duración del tratamiento necesario para obtener un tejido por completo inencogible, es regulable a través de la temperatura de tratamiento. Así, por ejemplo, en una distribución acuosa de cloruro de metileno, puede fijarse a 30° C un tejido con una rapidez doble que a 18° C. La temperatura del tratamiento depende del disolvente utilizado.

105

El empleo de sistemas acuosos de distribución tiene sobre el empleo del disolvente puro varias ventajas. Así, la subdivisión del disolvente en agua hace decididamente más lenta la evaporación espontánea por el efecto divisor del emulgente, pudiéndose aproximadamente comparar el efecto con el de los fijadores de la industria cosmética.

110

Es extraordinariamente sorprendente que, con los productos en sí poco concentrados, se consiga una fijación del material de poliéster, fácil de seguir en el encogimiento, ya que se sabe que con un tratamiento por vapor de producto textil de poliéster, incluso con una duración de 40 minutos y una temperatura de unos 140° C., no se consiguen resultados suficientes. Además, es sabido que, por ejemplo, la fibra hidrófoba, de poliéster absorbe colorante sólo a una elevada temperatura y a presión.

115

120

La ventaja del procedimiento según la presente invención consiste en que puede ser aplicado en los aparatos cerrados presentes en la industria textil para el tratamiento de materiales de poliéster, pudiéndose tratar tanto material suelto como también hilos,



243647

125 tejidos, géneros de punto o de malla, La volatilidad y el peligro para el personal ocasionado por las características tóxicas de los disolventes quedan notablemente reducidos.

130 Además, se consigue un notable ahorro de disolvente. Una ventaja extraordinariamente grande del procedimiento según la invención consiste en que con tejidos mixtos - por ejemplo lana, fibras de celulosa nativas o regeneradas y otras fibras - accesibles a una influencia del agua, ésta puede ser combinada simultáneamente con el efecto del disolvente sobre la fibra de poliéster. Mediante la incorporación de adecuadas materias auxiliares, pueden conseguirse de este modo efectos de muchas clases, sobre la fibra sintética, por ejemplo en las operaciones de lavado, teñido, abatanado o fijación. También la misma fibra de poliéster, a la cual se extiende el efecto del disolvente orgánico, puede adicionalmente experimentar en un medio acuoso otras influencias especiales, por ejemplo mediante la adición de hidróxidos alcalinos, ácidos, bases orgánicas, colorantes, medios de hinchamiento, medios de ablandamiento, medios de apresto, etc.

140 Cuando estas ventajas rigen ya para el sistema de emulsión propiamente dicho, que, según la clase y la cantidad de los emulgentes empleados y también la técnica de obtención utilizada, especialmente en soluciones diluídas, es todavía muy inestable, valen en medida mucho mayor para las soluciones coloidales y respectivamente verdaderas, en las cuales los efectos pueden aun ser aumentados y respectivamente afinados considerablemente. Aun cuando la cuestión de si puede obtenerse una emulsión o una solución coloidal depende de muchos factores, sin embargo es en principio posible comprobar que, para la obtención de emulsiones, la cantidad de emulgente que

150

243647



155 Hay que emplear puede ser inferior a la necesaria en el caso de las distribuciones coloidales, ya que la emulsión surte un efecto más intenso cuando las distintas gotitas del disolvente emulsionado son descargadas rápidamente en la superficie del material, se unen y se ponen en contacto con el material fibroso mismo. Por consiguiente, no es tampoco posible diluir a voluntad las emulsiones para la obtención regulada de efectos más débiles.

160 De manera completamente distinta se comportan, en este caso, las soluciones coloidales que se hacen con cantidades más grandes de emulgente. Aquí puede ser conveniente emplear una cantidad de emulgente equivalente al 20 - 50% del disolvente empleado. En casos especiales la cantidad de emulgente puede ser aun superior, por
165 ejemplo de hasta el 100% referido a la cantidad de disolvente. En las soluciones coloidales, las distintas partículas de disolvente pueden, en la fase acuosa, ponerse directamente en contacto con la superficie de la fibra, sin que se verifique una separación y una reunión del disolvente en la fase continua. Además, es posible di-
170 luir dentro de amplios límites las soluciones coloidales y verdaderas, y utilizar simultáneamente sustancias que actúen con gran rapidez de forma fraccionadora sobre las emulsiones, por ejemplo electrólitos.

175 Las soluciones coloidales ofrecen además la ventaja de ser considerablemente más insensibles que los sistemas de emulsiones a los aumentos de temperatura. Esto permite trabajar en recipientes cerrados con soluciones coloidales de productos de más bajo punto de ebullición, por ejemplo de cloruro de metileno. Naturalmente, pueden también emplearse las mismas soluciones de productos de más
180 alto punto de ebullición, por ejemplo alcohol bencílico, en reci-

243647

185 pientes abiertos. Incluso en los aparatos corrientes de alta temperatura, en los cuales se alcanzan temperaturas de hasta 130° C, pueden emplearse dichas soluciones coloidales. Naturalmente, en este punto hay considerables diferencias entre el comportamiento de los distintos disolventes y respectivamente los distintos medios de distribución. También la afinidad del emulgente con respecto a las fibras eventualmente empleadas puede influir notablemente en la estabilidad del sistema. Sin embargo, por este procedimiento es posible a veces regular los efectos deseados.

190 Se explicará a continuación más detalladamente, la invención con referencia a algunos ejemplos, sin que dichos ejemplos signifiquen limitación alguna de la invención a este modo de trabajo.

Ejemplo 1.

195 A 5 partes de una mezcla constituida por un 50% de dodecilfenilsulfonato (al 100%), 25% de butanol y 25% de agua se les añaden 15 partes de cloruro de metileno. Se remueve lentamente con agua la mezcla clara y se completa hasta 100 partes. En esta emulsión casi coloidal, en estado de muy fina distribución, se trata a 35-40° C un tejido bruto de fibra de polimero de tereftalato de glicol de etileno durante 10 minutos, luego se lava y se
200 seca. Con este tratamiento se verifica un encogimiento del 9% en el sentido de la urdimbre y del 6% en el sentido de la trama. El tejido así tratado no muestra ya encogimiento alguno a la cocción y a la plancha.

Ejemplo 2.

205 Se disuelven 13 partes de cloruro de etileno en 6 partes de una mezcla constituida por 45 partes de un ácido alquilfenilsul-



243647

210 fónico, cuyo resto alquilo corresponde a una fracción de hidrocarburo que hierve entre 160 y 320°, 45 partes de oleína y 10 partes de amoniaco al 25%. La clara mezcla de emulgente y cloruro de etileno es alcalinizada ligeramente con amoniaco y completada lentamente, con agua, removiendo hasta 100 partes. En esta emulsión se trata un tejido de poliéster durante 15 minutos a 75° C, y a continuación se lava y se seca. El encogimiento en el sentido de la urdimbre es del 10% y en el sentido de la trama del 7%. El tejido no muestra ya encogimiento alguno a la cocción ni a la plancha.

Ejemplo 3.

220 Se añade removiendo una mezcla constituida por 15 partes de un producto de adición de tributilfenol y aproximadamente 11 mol de óxido de etileno y 85 partes de percloroetileno a tanta agua que se obtiene una emulsión al 15%, en la cual se trata durante 15 minutos a 75° C un tejido de poliéster. El material revela el mismo encogimiento que con el tratamiento descrito en el Ejemplo 1 y ningún encogimiento a la cocción ni a la plancha.

225 Ejemplo 4.

230 A 5 partes de dibutilnaftalinsulfonato (al 70%) se les añaden 0,5 partes de amina de grasa de coco oxietilada con 5 mol de óxido de etileno, hecna cuaternaria con dimetilsulfato. A continuación, se añaden removiendo 5 partes de tetracloroetano. La pasta obtenida es diluida con un poco de agua añadiéndosele a continuación 2,5 g de solución de sosa cáustica (al 40%) y se diluye el conjunto con agua hasta 100 partes. Al ser calentada a 90° C, la emulsión se pone casi clara. A esta temperatura se trata durante 25 minutos un tejido de fibra de poliéster, experimentando



243647

235 el mismo un encogimiento del 7% en el sentido de la urdimbre y del 5% en el sentido de la trama. Empleando simultáneamente álcali y el compuesto cuaternario, se obtiene un tejido suave y sedoso al tacto.

Ejemplo 5.

240 Se mezclan 50 partes de cloroformo con 50 partes de un éster de ácido fosfórico, obtenido por esterificación ulterior del éster de ácido fosfórico secundario obtenido en la reacción de ácido fosfórico con el producto de condensación de alcohol laurílico y 2 mol de óxido de etileno, con 1 mol de poliglicol de peso molecular medio 400. La mezcla clara es regulada con agua sobre un contenido de cloroformo del 20%. Se obtiene una solución débilmente opalina.

245 Si, en lugar de las 50 partes anteriormente indicadas del éster de ácido fosfórico se emplean sólo 10-20 partes y se emulsiona la mezcla mediante un dispositivo agitador rápido, se obtienen emulsiones cuyo tamaño de partículas es de 2 - 10.

250 La solución opalescente revela, en comparación con la emulsión, una estabilidad mucho mayor, siendo por tanto adecuada también para trabajar con baños estancados.

255 En las distribuciones de cloroformo obtenidas se trata durante 30 minutos, a 55° C, un tejido mixto de poliéster y de lana de celulosa (67/33) y luego se lava y se seca. Con este tratamiento se obtiene un encogimiento del 10% en el sentido de la urdimbre y del 6% en el sentido de la trama. El tejido así tratado no muestra encogimiento alguno a la cocción ni a la plancha.

260 Ejemplo 6.

50 partes del producto de condensación de amina de grasa de



243647

265 coco con 20 mol de óxido de etileno son mezcladas con 50 partes de
cloruro de metileno y la mezcla clara es completada con agua hasta
270 500 partes. Se obtiene una distribución clara como el agua del
cloruro de metileno en agua. En ella se trata a 18° C, durante
35 minutos, un tejido redondo de punto de poliéster/lana (55/45)
y a continuación se lava con agua fría y se seca. Con este trata-
miento se produce un encogimiento del 7% en el sentido vertical
y del 5% en el sentido horizontal. El género así tratado no revela
encogimiento alguno a la cocción ni a la plancha.

Ejemplo 7.

275 60 partes de un emulgente constituido por un 38% de alquila-
rilsulfonato, 19% de butanol y 43% de agua, son mezcladas con 40
partes de tricloroetileno y 3 partes de metiltaurina de la mezcla
de los ácidos del sebo. La mezcla clara produce, al ser regulada
sobre una solución acuosa de un contenido del 10% de tricloroeti-
leno, una dilución clara como el agua. En ella se trata durante 30
minutos, a 82° C, un tejido en bruto de poliéster/algodón, que a
280 continuación se lava con agua y se seca. El tejido así tratado no
contiene restos de preparación y se encuentra suficientemente limpio
para la ulterior elaboración. El encogimiento del tejido es del 6%
en el sentido de la urdimbre y del 3% en el sentido de la trama. El
tejido así tratado no revela encogimiento alguno a la cocción ni
a la plancha.

285 Ejemplo 8.

290 70 partes de un producto de adición de 6 mol de óxido de eti-
leno a oleilamina son mezcladas con 30 partes de cloruro de metile-
no y reguladas por dilución con agua sobre un contenido de hidro-
carburo clorado del 10%. En lugar de cloruro de metileno pueden
emplearse también por ejemplo, tricloroetileno o cloroformo, o
mezclas de los mismos. Se obtiene una gelatina completamente cla-



243647

295

ra. Con esta gelatina se impregna un tejido de fibras de mechón de poliéster, a 25° C, durante 30 minutos. Se produce así un encogimiento del tejido del 10% en el sentido de la urdimbre y del 8% en el sentido de la trama. El tejido así tratado revela un encogimiento a la cocción del 1% en el sentido de la urdimbre y de 0% en el sentido de la trama. No se manifiesta encogimiento alguno a la plancha.

Ejemplo 9.

300

60 partes de un emulgente, constituido por
65% de dodecilbenzolsulfonato (técnico)
20% de butanol
5% de oleína

305

10% del compuesto obtenido por reacción de un sulfocloruro alquílico (técnico) de elevado peso molecular y amoníaco y subsiguiente transformación del producto con ácido monocloroacético

310

son mezcladas con 40 partes de alcohol bencílico y luego completadas con agua hasta 400 partes. En ellas se trata a 115° C, durante 20 minutos, en caldera de presión, un tejido de fibras de mechón de poliéster. Se produce un encogimiento del tejido del 11% en el sentido de la urdimbre y del 6% en el sentido de la trama. No se observa encogimiento alguno a la cocción o a la plancha en el tejido así tratado.

315

Ejemplo 10.

320

A 50 partes del producto de adición de 20 mol de óxido de etileno a dodecilfenol se les añaden 50 partes en peso de cloruro de metileno. La mezcla, al ser regulada con agua sobre un contenido de cloruro de metileno del 10%, constituye una solución ligeramente turbia. Con esta solución se abatana a 40° C, durante 2 horas, un



243647

325 tejido mixto de poliéster/lana. El tejido encoge entonces un 5% en el sentido de la urdimbre y un 9% en el sentido de la trama. Cuando se emplea como medio de abatanado el solo emulgente, dichos valores son de sólo 1,5% en el sentido de la urdimbre y del 6% en el sentido de la trama. El tejido así tratado no muestra encogimiento alguno a la cocción o a la plancha.

Ejemplo 11.

330 En una mezcla de dioxano y agua de una relación 1 : 1 partes de volumen se trata durante 50 minutos, a 80° C, un tejido sin fin de poliéster. Se produce un encogimiento del 6% en el sentido de la urdimbre y del 4% en el sentido de la trama. El tejido así tratado no revela encogimiento alguno a la cocción ni a la plancha.

335 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el día 17 de Agosto de 1.957, bajo el número F 23780 IVc/8k, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES.

340 1). Procedimiento para la fijación de material textil de poliésteres lineales que contienen anillos carbocíclicos de 6 miembros, y especialmente de los del tipo del polietilenglicoltereftalato, caracterizado por tratarse los materiales textiles con emulsiones en estado de distribución extremadamente fina hasta soluciones acuosas de disolventes orgánicos no solubles en agua o solubles de manera no notable, y especialmente de hidrocarburos alifáticos clorados.

345 2). Procedimiento según la reivindicación 1), caracterizado por añadirseles hidróxido de álcali a los baños de tratamiento.



243647

3). PROCEDIMIENTO PARA LA FIJACION DE MATERIAL TEXTIL DE POLIES-
TERES.

350

Esta Memoria consta de catorce hojas foliadas y mecanografía-
das por un solo lado de sus caras.

Madrid, 14 de Agosto de 1.958

baezuela