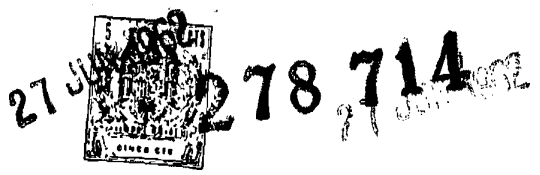
278714

P. 22.679.-

AKU 914 FG/dH
"Polyacetal finish for fabrics"



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de ALGEMENE KUNSTZIJDE UNIE N.V., entidad holandesa, establecida en Velperweg 76, Arnhem, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LAS PROPIEDADES DE MATERIAL TEXTIL"

La presente invención se refiere a un procedimiento para mejorar las propiedades de un material textil que consiste en todo o en parte de celulosa regenerada, y al material textil así perfeccionado.

Por material textil que consiste en todo o en parte de celulosa regenerada se ha de entender aquí el de fibras cortadas de celulosa regenerada, mezclas de fibras de celulosa regenerada y otras fibras cortas, tales como de algodón, hilos manufacturados a base de estas fibras cortadas mezcladas o sin mezclar, hilos hechos total o parcial-

mente de filamenos continuos de celulosa regenerada, así como productos textiles como, por ejemplo, tejidos que consistan en todo o en parte de los hilos y/o torcidos antes mencionados. En gracia a la brevedad, solamente se utilizará en lo sucesivo para designarlos la expresión "material textil de celulosa regenerada".

El material textil de celulosa regenerada tiene las desventajas de que su resistencia a los álcalis es deficiente, y de que se hincha mucho en agua. Además, los tejidos de trama y de punto hechos con fibras cortadas y/o con filamentos continuos de celulosa regenerada no exhiben adecuadas caracteristicas de elasticidad y cuerpo al tacto, y vuelven a encoger después de cada lavado.

Existen procedimientos ya conocidos para mejorar el material textil de celulosa regenerada, merced a los cuales se reducen dichas desventajas.

Uno de estos procedimientos consiste en tratar el material textil de celulosa regenerada con una solución que contiene acetal polimérico preparado a partir de etilenglicol y formaldehido, un haluro como catalizador y agua, siendo el material textil secado primero a una temperatura de unos 130ºC o menos, y curado después a una temperatura de unos 130ºC o más.

Se ha descubierto ahora un procedimiento con el cual pueden mejorarse las propiedades del material textil aún más que con el procedimiento arriba citado.

El procedimiento de que ahora se hace mención se caracteriza, conforme al invento, en que el líquido,que tiene un pH comprendido entre 4,5 y 7,5, contiene también formaldehido y, como sal tampón una sal metálica de un ácido

orgánico que tiene una constante de ionización de 1×10^{-5} a 1×10^{-7}.

La concentración de los componentes en el baño de tratamiento puede variar entre amplios límites, según los efectos que se pretendan.

Para una captación de aproximadamente 50 a 200%, se prefieren los márgenes o limites siguientes:

1) Acetal polimérico: de 1 a alrededor de 5% en peso;

2) Formaldehido: de 2 a alrededor de 10% en peso;

3) Sal metálica de ácido orgánico: de 0,1 a alrededor de 0,5% en peso;

4) Haluro: de 1 a alrededor de 5% en peso.

La relación de formaldehido a acetal polimérico en el baño viene determinada por el grado de modificación deseado. Cuando mayor sea la relación, mayor es el efecto.

La sal metálica del ácido orgánico sirve para tamponar el baño entre un pH de 4,5 y 7,5. Se prefiere emplear este margen, porque entre estos límites no se produce degradación alguna de la celulosa regenerada, durante el secado y la curación.

Como sales tampón pueden emplearse sales metálicas de ácido itacónico, ácido málico, ácido malónico, ácido succinico: Se prefiere utilizar una sal metálica de ácido maleico, y en particular una sal de ácido maleico con metal alcalino.

Una vez tratado el material textil con el líquido, se separa de aquél el líquido excedente. A continuación, el material es sucesivamente secado y curado.

La resistencia a la rotura y a la abrasión del mate-

rial textil apenas se reducen con el tratamiento. En contraposición con el material textil de celulosa regenerada tratado solamente con formaldehido, el material tratado mediante el procedimiento conforme a la invención no es quebradizo.

La invención se aclarará acto seguido con el auxilio de los ejemplos que siguen:

Ejemplo I

Se trató un tejido de rayón de viscosa con un baño que contenia 2,9% en peso de acetal polimérico (derivado de etilenglicol y formaldehido), 7,1% en peso de formaldehido, 0,3% en peso de ácido maleico (neutralizado con NaOH a un pH 5,0) y 1,6% en peso de cloruro de magnesio. Una vez impregnado el tejido, su peso había aumentado en un 75%. El tejido se secó primero a unos 120ºC, y se curó después a alrededor de 160ºC durante 4 minutos, manteniéndose esencialmente constantes las dimensiones del tejido. Después de lavado a 60ºC con una solución que contenía 0,1% en peso de sosa y 0,05% en peso de Dupanol D (sulfato de alcohol de cadena larga utilizado como agente humectante), el tejido fué lavado con agua y finalmente secado en un marco a 120ºC.

Para comparación, se trató una pieza idéntica de tejido con una solución que contenía 10% en peso de dimetiloletilenurea, 1,2% en peso de $Zn(NO_3)_2$ (como catalizador), ácido acético suficiente para dar un pH de 6,0, 1,5% en peso de Nalan RF, 1,5% en peso de Zelan AP, y 0,1% en peso de Triton W-30. El Nalan RF es una dispersión no iónica que comunica a los tejidos propiedades hidrófugas; el Zelan

AP es un hidrofugador duradero que contiene compuestos nitrogenados de alto peso molecular; y el Triton W-30 es un sulfato de éter arilalquílico, que se utiliza como agente humectante y auxiliar de tinte.

Los datos resultantes se indican en la tabla I.

Tabla I

Propiedades del tejido	Control (ningún tratamiento del tejido)	Tratado con arreglo al invento	Tejido tratado con dimetiloletilenurea
Resistencia de agarre[x] (en kg):			
Promedio trama y urdimbre			
en seco	30	23	25
en húmedo	17	14	14
Clasificación de desgaste por lavado (Réplicas Monsanto)	1.0	2.6	2,3
Encogimiento en urdimbre, %			
Lavado doméstico (60ºC)			
1 lavado	10.5	1.0	1.2
25 lavados	17.5	1.9	4.2
Progresivo (25º a 1º)	7.0	0.9	3.0
Industrial blanco (70ºC)			
1 lavado	-	2.1	6.2
25 lavados	-	3.6	10.0
Progresivo (25º a 1º)	-	1.5	3.8

[x] Para resistencia de agarre, véase ASTM, D 1682-59T.

Estos datos demuestran que el procedimiento de la presente invención dió clasificaciones de resistencia residual y desgaste al lavado esencialmente equivalentes, pero mejoró enormemente el control del encogimiento, en comparación con el tejido tratado con dimetiloletilenurea.

Ejemplo II

Un tejido de trama hecho con fibra cortada de rayón de alto módulo fué tratado conforme al presente invento de igual manera que se ha descrito en el ejemplo I. Asimismo, con fines comparativos, se trató con dimetiloletilenurea una pieza de tejido idéntica. Los resultados se indican en la tabla II.

Tabla II

Propiedades del tejido	Control (ningún tratamiento al tejido)	Tratado con arreglo al invento	Tejido tratado con dimetiloletilenurea
Resistencia de agarre (en kg)			
Promedio trama y urdimbre			
en seco	46	40	34
en húmedo	36	32	20
Indice de hinchamiento %	62	31	33
Clasificaciónes de desgaste por lavado (Réplicas Monsanto)	1.0	1.8	2.0
Encogimiento en urdimbre %			
Lavado doméstico (60ºC)			
1 lavado	7.5	0.4	0.7
25 lavados	13.1	0.7	1.6
Progresivo (25º a 1º)	5.6	0.3	0.9
Industrial blanco (70ºC)			
1 lavado	-	1.5	3.2
25 lavados	-	2.0	5.0
Progresivo (25º a 1º)	-	0.5	1.8

El tejido tratado conforme a la invención mostró una gran resistencia residual y excelente control del encogimiento.

Ejemplo III

Se tomó un tejido de rayón, al que se quitó el apresto y se tiñó de manera continua. A continuación, el tejido

--- fué tratado con un líquido que tenia un pH de 6,3 y contenía 3,6% en peso de acetal polimérico, 9% en peso de formaldehido, 0,35% en peso de ácido maleico, 2,2% en peso de $MgCl_2$ y 0,5% en peso de Nalan RF y 0,5% en peso de Elvanol 72-60 (para darle cuerpo). El Elvanol 72-60 es un producto de alcohol de polivinilo. El tejido fué sucesivamente impregnado, secado (a 127ºC), curado (a 160ºC) durante cinco minutos, lavado a 60ºC con una solución que contenía 0,1% en peso de sosa y 0,05% en peso de Dupanol D. Después de secado el tejido fué finalmente sometido a tratamiento con vapor sujeto en un marco. Los resultados se indican en la tabla III.

Tabla III

Propiedades del tejido	Control (sin tratar)	Tejido tratado
Resistencia de agarra (kg)		
En seco - urdimbre	25	23
- trama	23	16
en húmedo- urdimbre	12	14
- trama	10	9
Indices de hinchamiento%	72	32
Clasificaciones desgaste por lavado		
Imágenes Eastman	1.3	3.1
Réplicas Monsanto	1.5	3.8
Encogimiento, %		
Lavado doméstico (60ºC)		
1 lavado - urdimbre	8.6	0.6
1 lavado - trama	3.8	-0.8
50 lavados - urdimbre	16.2	1.8
50 lavados - trama	4.2	-0.4
Progresivo (50º a 1º)- urdimbre	7.6	1.2
Progresivo (50º a 1º)- trama	0.4	0.4
Industrial blanco (70ºC)		
1 lavado -urdimbre	-	1.8
1 lavado - trama	-	-1.8
50 lavados - urdimbre	-	3.0
50 lavados - trama	-	-2.5
Progresivo (50º a 1º)- urdimbre	-	1.2
Progresivo (50º a 1º)- trama	-	0.7
Ensayo de retención de cloro[x] Variación de resistencia, %	+2.5	0.0
Variación de clor debida a chamuscado	muy poco amarillento	muy poco amarillento
Ensayo de fijeza a la luz[xx] "Fadeometer SFH"	40	40

x Por ensayos de retención de cloro se dan a entender los indicados en el método de ensayo 92-1958 (tentativo) de "The American Association of Textile, Chemists and Colorists".

xx Por ensayos de fijeza a la luz se dan a entender los del método normal de ensayo 16A-1960 de "The American Association of Textile Chemists and Colorists".

El tejido tratado conservó una resistencia adecuada al tiempo que se le dotaba de estabilidad dimensional y buenos índices de desgaste al lavado. Los ensayos de retención de cloro y de fijeza a la luz demostraron que el tejido tratado era enteramente satisfactoria a estos respectos.

Ejemplo IV

Se tomó un tejido de rayón, al que se le quitó el apresto y se tiño de manera continua. El tejido fué tratado de la misma manera descrita en el ejemplo III, con un baño que contenía 3,6% en peso de acetal polimérico, 9% en peso de formaldehido, 0,35% en peso de ácido maleico, 2,2% en peso de $MgCl_2$, 4,0% en peso de Nalan RF, 2% en peso de un fijador del tinte, NaOH suficiente para dar un pH de 6.5. Los resultados se ilustran en la tabla IV.

Tabla IV

Propiedades del tejido	Control (sin tratar)	Tejido tratado
Indices de desgaste al lavado		
Imágenes Eastman		
3 lavados	1.4	3.2
5 lavados	1.7	3.4
50 lavados	1.2	3.8
Réplicas Monsanto		
3 lavados	1.6	4.0
5 lavados	1.8	4.0
50 lavados	1.2	4.5
Fijeza a la luz		
"Fadeometer SFH"	80 - 160	80 - 160

El creciente índice de desgaste por lavados repetidos demuestran la permanencia de la modificación química de las fibras, comunicada mediante el proceso de esta invención.

Las características de encogimiento fueron ligeramente mejores que las indicadas en el ejemplo III.

Ejemplo V

Un tejido que tenía una urdimbre de filamentos de rayón de 150 denier y una trama de algodón peinado de 20/1 fué tratado con un líquido que contenia 2,5% en peso de acetal polimérico, 6,2% en peso de formaldehido, 0,25% en peso de ácido maleico, 1,5% en peso de M_gCl_2, NaOH suficiente para dar un pH de 6,5, 2,0% en peso de Atcodri Z (un hidrofugador de emulsión de cera y sal de circonio), 7% en peso de Ranedare S (un hidrofugador consistente en una emul-

sión de silicona no iónica), y 3,5% en peso de Ranefix SG (catalizador para el ranedare S, consistente en una dispersión no iónica de sales metálicas). El tejido fué secado a 120ºC y curado después a 160ºC durante cuatro minutos. Una vez lavado y centrifugado, se secó el tejido en un marco a 120º C. Los resultados se indican en la Tabla V.

Tabla V

Propiedades del tejido	Control (sin tratar)	Tejido tratado
Indices de hinchamiento %		
Urdimbre	71	44
Trama	42	27
Resistencia a la abrasión		
(conforme a ASTM. D 1175-55T-B)		
Urdimbre en seco - anverso algodón	1432	036
-reverso rayón	1338	700
Trama en seco -anverso algodón	1311	786
reverso rayón	1676	729
Urdimbre húmedo-reverso rayón	161	169
anverso algodón	124	222
Trama en humedo-anverso algodón	196	279
reverso rayón	184	339
Clasificaciones desgaste por lavado		
(al cabo de 25 lavados)		
Imágenes Eastman	1.0	2.5
Réplicas Monsanto	1.0	2.9
Encogimiento, %		
Lavado doméstico (60ºC)		
1 lavado - urdimbre	10.8	3.9
- trama	1.7	0.4
25 lavados-urdimbre	15.5	4.4
- trama	3.2	0.4
Progresivo (25º a 1º) - urdimbre	4.7	0.5
- trama	1.5	0.0

El tejido sin tratar fué dificil de estabilizar. Al cabo de 25 lavados, el encogimiento en la urdimbre del tejido aún había aumentado en un 4,7 % en comparación con el encogimiento después de 1 lavado. El tejido tratado mostró un incremento de sólo 0,5%.

Los tratamientos usuales con resinas dan lugar siempre a una severa reducción de la resistencia a la abrasión en seco del tejido. Ahora bien, el tejido tratado mediante el procedimiento conforme a la invencion mostró una reducción de sólo 50% en su resistencia a la abrasión. Mediante el tratamiento con resina, la resistencia a la abrasión en húmedo del tejido llegó incluso a mejorar.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 28 de Junio de 1961, bajo el Número 120.191, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1º.- Un procedimiento para mejorar las propiedades de material textil que conste en todo o en parte de celulosa regenerada, por tratamiento del material con una solución que contiene un acetal polimérico preparado a partir de etilenglicol y formaldehido, un haluro como catalizador y agua, siendo el material textil secado primero a una temperatura de unos 130º C o menos, y curado después a una temperatura de unos

130º C o más; caracterizado por el hecho de que la solución, que tiene un pH comprendido entre 4,5 y 7,5 contiene también formaldehido y, como sal tamponadora, una sal metálica de un ácido orgánico que tiene una constante de ionización de 1×10^{-5} a 1×10^{-7}.

2º.- Un procedimiento conforme a la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que la solución contiene de 2 a 10% en peso de formaldehido.

3º.- Un procedimiento conforme a la reivindicación 1 o 2, caracterizado por el hecho de que la solución contiene de 0,1 a 0,5% en peso de la sal tamponadora.

4º.- Un procedimiento conforme a la reivindicación 1, 2 o 3, caracterizado por el hecho de que el líquido contiene una sal metálica de ácido maleico.

5º.- Un procedimiento conforme a la reivindicacion 1, 2, 3 o 4, caracterizado por el hecho de que el líquido contiene una sal de ácido maleico con metal alcalino.

6º.- Un procedimiento para mejorar las propiedades de material textil.

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

Esta Memoria consta de quince hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 27 JUN 1962

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder

AVS.