

16 MAR 1964



294457

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

DEPARTAMENTO DE INVENCIÓN

formulada el 12 de Diciembre de 1.963, con el Núm. 294.457

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de DUNLOP MILLIKEN RESEARCH CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en P.O. Box 1.927, Spartanburg, Carolina del Sur, Estados Unidos de América,

por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR NUEVOS MATERIALES CELULÓSICOS."

---

Este invento se refiere a un nuevo procedimiento para producir prendas de materiales celulósicos que están caracterizadas por una propensión para fijación duradera subsiguiente en cualquier configuración deseada, por ejemplo, en dobléz, plegada, en relieve y/o plana, a las telas a partir de las cuales están hechas dichas prendas, a las prendas así producidas y a los éteres de celulosa formados durante los diversos procesos.

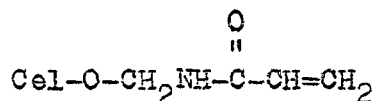
5

10

294457

En la solicitud de Patente Española Núm. 294.437 se ha descrito entre otras cosas, procedimientos para la producción de telas presensibilizadas que pueden ser fijadas en cualquier configuración deseada después de haber sido transformadas en prendas, al propio tiempo que se obtiene simultáneamente propiedades elásticas mejoradas en seco y en húmedo. Entre las realizaciones preferidas de compuestas polifuncionales adecuados para uso en estos procedimientos se incluyen las N-metilolacrilamidas y las N-metilolaloacetamidas. Las telas celulósicas impregnadas con al menos uno de estos compuestos y un catalizador de acción ácida de resina textil se tratan en condiciones de curado de la resina textil para producir éteres de celulosa de la fórmula general:

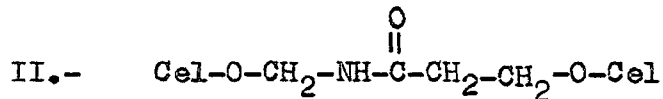
I.



La tela se impregna luego con un catalizador de acción básica latente particular y se seca en condiciones insuficientes para efectuar la reacción sustancial del grupo no saturado etilénicamente con los grupos hidroxilo de la celulosa, para producir una tela presensibilizada para fijación duradera subsiguiente. Durante el prensado con vapor de agua de las prendas hechas a partir de estas telas, el catalizador a esas elevadas temperaturas inicia la reacción sustancial entre el grupo terminal no eterificado y un grupo hidroxilo de la celulosa, para formar un



producto reticulado de la fórmula general:



10 Las patentes para los EE.UU. 2.837.511 y 2.837.512 describen un procedimiento para producir los citados éteres celulósicos sin describir técnicas para sus uso en las operaciones de presensibilización.

15 Los procedimientos para presensibilización descritos en las solicitudes de patentes anteriormente identificadas están caracterizados por dos deficiencias. En primer lugar, el éter de celulosa unido monofuncionalmente representado en la Fórmula I anterior tiene poca o ninguna elasticidad en seco. Cuando se desea esta propiedad, la subsiguiente operación de curado en presencia debe ser realizada en niveles muy bajos de humedad. Si se desean

20 propiedades elásticas tanto en seco como en húmedo, la operación de curado en prensa debe ser realizada en las condiciones de humedad limitada por las que se producen las propiedades de elasticidad tanto en seco como en húmedo. Evidentemente, sería de desear contar con un procedimiento para el que las limitaciones en el control de la

25 humedad fueran menos severas, cuando no pudiera prescindirse totalmente de ellas.

30 La segunda deficiencia radica en la identidad del propio éter de celulosa, en que el átomo que contiene el nitrógeno de la amida es fuertemente conducente a daños

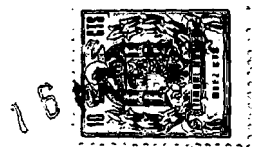
294457

por el cloro, en caso de que la tela o prenda sea puesta subsiguientemente en contacto con un compuesto que contenga cloro a elevadas temperaturas. La metilación de este átomo que contiene el nitrógeno de la amida resuelve el problema de los daños por el cloro, pero esta solución es difícil de alcanzar. Además, sigue siendo necesario que la fase de curado en prensa sea realizada en condiciones de humedad limitada, si se desean propiedades elásticas tanto en seco como en húmedo.

Un objeto de este invento es proporcionar un procedimiento presensibilizador por el que se comuniquen propiedades elásticas estables a materiales celulósicos durante una fase de curado inicial, de tal modo que las fases de curado subsiguientes puedan ser realizadas en cualquier nivel de humedad deseado.

Otro objeto de este invento es tratar materiales celulósicos con un solo compuesto polifuncional que contiene al menos dos grupos reactivos con los grupos hidroxilos de la celulosa en condiciones ácidas y al menos un grupo reactivo con los grupos hidroxilo de la celulosa en condiciones alcalinas, realizándose inicialmente la reacción en el lado ácido con lo que se dota de propiedades elásticas estables en seco al material celulósico, de tal modo que pueda realizarse el procedimiento de curado en el lado básico en cualquier nivel de humedad más alto deseado, al tiempo que se siguen produciendo propiedades elásticas tanto en seco como en húmedo en dicho material celulósico.

Otro objeto de este invento es proporcionar telas y prendas que tienen una propensión para fijación duradera

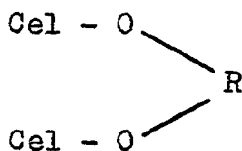


subsiguiente en cualquier configuración deseada y que contienen éteres de celulosa que están sustancialmente libres de grupos -NH y que, por consiguiente, están libres de problemas de daños por el cloro asociados con ellos.

Todavía otro objeto de este invento es proporcionar prendas producidas a partir de tales materiales celulósicos las cuales están caracterizadas no solamente por dobleces u otras configuraciones bien marcadas que son duraderas a la humectación, sino también por propiedades elásticas tanto en seco como en húmedo en alto grado.

Estos y otros objetos se consiguen de acuerdo con este invento proporcionando un material celulósico correspondiente a la fórmula general:

III.-



en que Cel es el residuo de la molécula de celulosa y R es un radical orgánico reactivo con los grupos hidroxilo de la celulosa en condiciones de catalización; e impregnar dicho material con un compuesto que es alcalino y capaz de iniciar la reacción sustancial entre R y los grupos hidroxilo de la celulosa a elevadas temperatu-

294457

ras, preferiblemente únicamente a elevadas temperaturas, y secar el material en condiciones insuficientes para iniciar la reacción sustancial entre R y los grupos hidroxilo de la celulosa.

5

La tela resultante, la cual está presensibilizada para fijación duradera subsiguiente en cualquier configuración deseada, puede ser luego enviada a un fabricante de prendas, mientras es mantenida en condiciones en que queda imposibilitada la reacción sustancial del grupo R con los grupos hidroxilo de la celulosa hasta después que se ha producido una prenda a partir de ella. La prenda puede ser fijada de un modo duradero en cualquier configuración deseada simplemente sujetando la prenda en la configuración deseada mientras se la somete a las condiciones por las que es activado el catalizador y tiene lugar la reacción sustancial entre el grupo R y los grupos hidroxilo de la celulosa, para formar una prenda reticulada estable que tiene propiedades elásticas en húmedo y en seco según se desee.

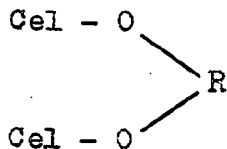
10

15

20

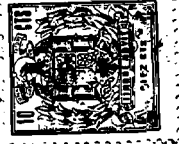
El producto de celulosa eterificada

25



30

se produce preferiblemente por impregnación de un material celulósico con (1) un compuesto polifuncional que contiene al menos 3 grupos reactivos con los grupos hi-

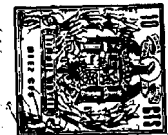


droxilo de la celulosa, siendo al menos 2 de estos grupos reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa en condiciones marcadamente diferentes del respecto a la reactividad de al menos otro de dichos grupos. El material  
5 celulósico es asimismo impregnado con un catalizador para la reacción de solamente un tipo de dichos grupos con los grupos hidroxilo de la celulosa, después de lo cual se expone el material celulósico a condiciones por las que los grupos catalizadores reaccionan con los grupos  
10 hidroxilo de la celulosa y en las cuales los grupos de reactividad marcadamente diferente son sustancialmente no reactivos.

Preferiblemente la reacción entre la menos dos grupos reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa, se realiza inicialmente. Por ejemplo, se prefiere que el compuesto orgánico polifuncional contenga al menos dos grupos reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa en condiciones de curado de la resina textil, por ejemplo, a elevadas temperaturas en presencia de un catalizador  
15 de acción ácida, siendo la segunda clase de grupos funcionales reactiva con los grupos hidroxilo de la celulosa a elevadas temperaturas en condiciones alcalinas, preferiblemente en presencia de una base fuerte. Si se iniciaran primero los grupos reactivos en condiciones ácidas  
20 en las condiciones de curado de la resina textil suponiendo que hubiera más de un grupo reactivo en condiciones ácidas, se obtiene generalmente un producto de éter de celulosa reticulado que tiene notables propiedades elásticas en seco, ya que el curado de la resina textil se  
25 efectúa generalmente en una tela sustancialmente seca.  
30

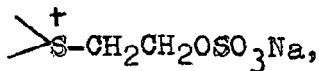
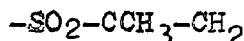
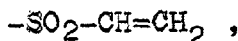
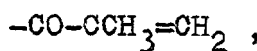
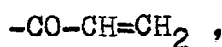
Estas propiedades mejoradas de la elasticidad en seco se fijan permanentemente en el material celulósico debido a su naturaleza reticulada. Consiguientemente, cuando se efectúa la segunda fase de curación, como durante una operación de curado en prensa, puede hacerse reaccionar el grupo o los grupos reactivos en condiciones básicas con los grupos hidroxilo de la celulosa a los elevados niveles de humedad a que se obtienen preferiblemente propiedades especialmente mejoradas de elasticidad en húmedo.

No obstante, debe hacerse notar a este respecto que aún pueden mejorarse más las propiedades de elasticidad en seco, al tiempo que se siguen obteniendo excelentes propiedades de elasticidad en húmedo, si se efectúa la reacción final, por el lado básico, a niveles de humedad en la tela por debajo de 10 % aproximadamente en exceso del nivel de recuperación de humedad de la tela, preferiblemente en condiciones por las que la prenda contiene menos del 10 % de humedad total. Por ejemplo, si el valor de volteo en la tela hecha reaccionar por el lado ácido es de 4,0 , puede proveerse una prenda cuyo valor de volteo sea menor de 4,0 , independientemente del nivel de humedad durante el segundo curado por el lado básico. Por otras partes, efectuando el curado por el lado básico a niveles de humedad inferiores, el valor de volteo puede ser incrementado acercándose a 5,0 , por ejemplo, aproximadamente a 4,8. Esto es simplemente un ejemplo y debe quedar bien entendido que pueden obtenerse valores más altos que 4,0 en la fase de curado en seco por el lado ácido y que el nivel de humedad durante el curado final,

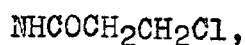
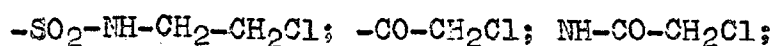


por el lado básico, no es necesariamente una fase crítica par a un buen comportamiento de la tela en cuanto al secado plano.

Los grupos reactivos en condiciones básicas son aquellos que tienen la capacidad de reaccionar con los grupos hidroxilo de la molécula de celulosa en condiciones alcalinas, por ejemplo, en presencia de una base fuerte, a elevadas temperaturas, e incluyen los grupos epoxi y halohidrina, los grupos activados carbonilo, acetilénico, sulfona y sulfoxido, por ejemplo de la fórmula  $-CH_2CH_2-A-A'$  en que A es un grupo carbonilo, sulfona, sulfoxido o acetilénico y A' es sulfatoetilo, sulfatoetilo de metal alcalino, fosfatoetilo, fosfatoetilo de metal alcalino, tiosulfatoetilo, y tiosulfatoetilo de metal alcalino; halogenuros de etilo de amonio cuaternario, por ejemplo, cloruro de etilpiridinia vinilo o vinilo sustituido, por ejemplo, alcoholo inferior vinilo; halogenuros sulfónicos, tal como el fluoruro sulfónico;



294457



5

cloro -S-triacina y similares.

Entre los compuestos que pueden emplearse para aportar el grupo reactivo en condiciones básicas a los compuestos polifuncionales empleados en el procedimiento de este invento se incluyen los compuestos polihidroxílicos, en los que uno al menos de sus grupos hidroxilo esté activado y esterificado. Los esterés de los grupos hidroxilo activados pueden ser mantenidos a través de la fase de calentamiento en condiciones de curado de la resina textil y estarán luego disponibles para reaccionar con la molécula de celulosa en presencia de una base acuosa fuerte. El grupo hidroxil no esterificado está disponible para reaccionar con el compuesto que aporta el grupo reactivo en condiciones ácidas, por ejemplo, una resina textil aminoplástica, produciendo con ello un compuesto polifuncional que tiene grupos reactivos tanto en condiciones ácidas como en condiciones básicas.

10

15

20

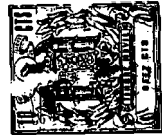
25

Los compuestos preferidos que contienen más de dos grupos funcionales reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa incluyen los caracterizados por las fórmulas:

30

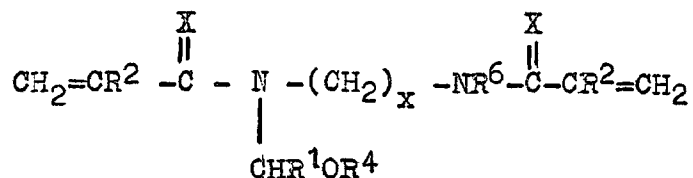






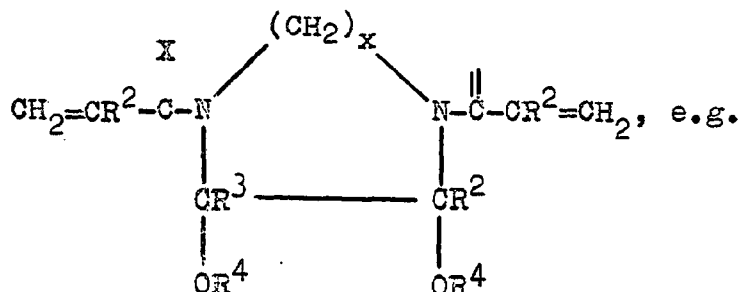
en que R<sup>2</sup>, R<sup>4</sup> y X son como antes, siendo R<sup>6</sup> hidrógeno, alcoholo inferior o CHR<sup>1</sup>OR<sup>4</sup> en que R<sup>1</sup> es como antes. Entre los compuestos típicos se incluyen los derivados de la acrilamida y el glioxal ( en que R<sup>2</sup>, R<sup>4</sup> y R<sup>6</sup> son hidrógeno y X es oxígeno) y los derivados de ellos con N-metilo, y di-N-metilol.

X.



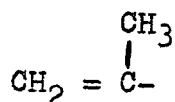
en que R<sup>2</sup>, R<sup>4</sup>, R<sup>6</sup> son como antes y x= 1-6, por ejemplo, N-metilol-metileno-bis-(acrilamida), metileno-bis-(N-metilol acrilamida) y similares.

XI.



como derivado a partir del metileno-bis-acrilamida y el glioxal y similares.

Entre los anteriores compuestos polifuncionales están incluidos aquellos en que el grupo metilol está derivado de aldehidos que no sean el formaldehido, tales como los derivados de aldehidos saturados o sin saturar, en que R<sup>2</sup> sería alcohol inferior, por ejemplo, acetaldehido; vinilo, por ejemplo, acroleína; acetilo, por ejemplo, piruvaldehido; CH<sub>3</sub>CH=CH- , por ejemplo crotonaldehido;



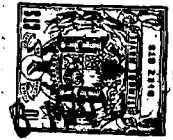
por ejemplo, metacroleína; OCH(CH<sub>2</sub>)<sub>N</sub>- en que N=0-4, por ejemplo, glioxal (N=1); OCH(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CHOH-, por ejemplo, hidroxidipalaldehido, y similares.

En cualquiera de estos compuestos, especialmente en los caracterizados por las fórmulas IV y V, los grupos  $\overset{\text{X}}{\text{C}}$  pueden estar sustituidos por los  $\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{S}}$ -,  $\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{S}}$ - y los grupos sulfonio.

Entre los compuestos preferidos con las anteriores características se incluyen las N , N-dimetiloacrilamida y N , N-dimetilolcloroacetamida, cuyos grupos metilol son reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa en condiciones de acción ácida a altas temperaturas, siendo reactivos el grupo no saturado atilénicamente y el grupo cloroacetilo con los grupos hidroxilo de la celulosa en condiciones alcalinas elevadas temperaturas. Por ejemplo, cuando una tela de celulosa impregnada con N,N-dimetilol-







que no ocurra la reacción sustancial entre los grupos hidroxilo de la celulosa y el grupo no saturado etilénicamente, puede enviarse la tela a un fabricante de prendas quien puede almacenar la tela debilmente alcalina hasta que esté para ser usada, mientras tanto no se produzcan condiciones que iniciarían la reacción sustancial del grupo no saturado etilénicamente con los grupos hidroxilo de la celulosa.

Las condiciones activadoras surgen generalmente como resultado de una combinación del pH de la tela y de temperaturas. Generalmente, antes de que ocurran la reacción sustancial se alcanzan temperaturas superiores a unos 80° y niveles de pH de 9 ó mayores. En algunos casos, el pH, por sí solo, iniciaría la reacción, por ejemplo, cuando se utiliza hidróxido sódico. De ser así, y no es esta una técnica preferida, a la base fuerte deberían acompañarse agentes retardadores. No obstante, se prefiere utilizar uno de los catalizadores de acción básica latente preferidos descritos en lo que sigue.

Luego pueden fabricarse prendas a partir de la tela y tales prendas pueden plegarse y prensarse en equipo convencional, por ejemplo, en una prensa Hoffman, donde se producen las condiciones activadoras. Por ejemplo, puede ser colocado en la prensa, en la configuración deseada, un par de pantalones hechos a partir de la tela sensibilizada. A continuación se cierra la prensa y se exponen a la acción del vapor y se prensan los pantalones durante un periodo de tiempo suficiente, 30 segundos a 1 a 5 minutos o más, para efectuar la reacción sustancial entre el grupo no saturado etilénicamente y los grupos

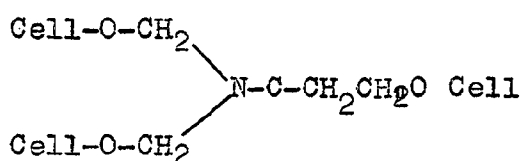
hidroxilo de la celulosa, mientras se mantienen los panta-  
lones en la configuración deseada.

Durante este segundo curado en condiciones básicas,  
se forman éteres de celulosa de la fórmula siguiente:

5

XIII.

10



15

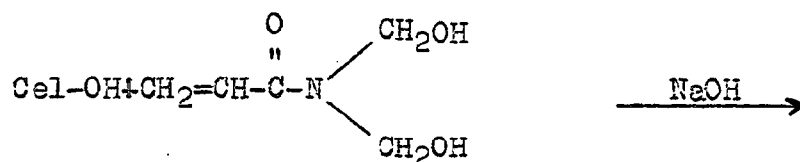
La configuración de la prenda cuando se forma este  
último éter de celulosa, tanto plegada o en doblez como  
plana o, en otra forma, se conservará sustancialmente des-  
pués de la expresión a condiciones húmedas, por ejemplo,  
como las que se producen durante el lavado de la prenda.

20

Podría advertirse el procedimiento de tal manera  
que la reacción básica se efectúa inicialmente, segui-  
da por la reacción ácida para producir el mismo tipo de  
éter de celulosa. Por ejemplo:

25

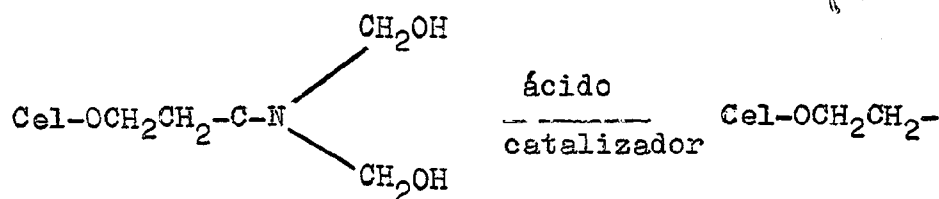
XIV.



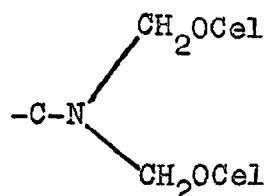
30



10 MAR



5



10

El medio preferido para fijación por la acción del vapor de agua puede ser húmedo pero preferiblemente deberá contener menos del 10 % aproximadamente en exceso del nivel de humedad de tolerancia de la tela para obtener las propiedades elásticas realmente óptimas en húmedo y en exceso, aunque las propiedades elásticas en seco, comunicadas al éter de celulosa representado mediante la Fórmula XII anterior, son permanentes independientemente del nivel de la humedad durante el curado básico final.

15

20

Alternativamente, pueden fijarse las prendas en la configuración deseada mediante condiciones de calor y sequedad, como por ejemplo por prensado en caliente con placas calientes sin la acción del vapor de agua, por ejemplo, por prensado a temperaturas hasta de unos 200° C durante el tiempo necesario para producirse el grado deseado de reacción, por ejemplo, menos de un minuto.

25

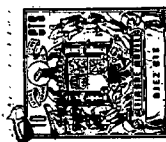
La cantidad de compuesto polifuncional que puede emplearse no es crítica, y la cantidad exacta a emplear depende en parte de las propiedades deseadas en el producto final de la eficacia del compuesto seleccionada. Por

30

294457

ejemplo, pueden aplicarse al material textil cantidades comprendidas en la gama que va desde aproximadamente el 1 hasta aproximadamente el 40 %, preferiblemente desde aproximadamente el 5 % al 25 %, calculados sobre el peso del material textil seco, o más o menos, según se desee. En cuanto a la absorción de solución del compuesto seleccionado, si se aplica en forma de solución, variará desde aproximadamente el 50 hasta aproximadamente el 100 % en peso del material textil. Debería seleccionarse una concentración de solución que proporcionarse la deposición deseada del compuesto sobre el material textil seleccionado en las condiciones de absorción. Para absorciones muy altas del compuesto polifuncional preferido, no se obtienen resultados más mejorados, sino que puede resultar disminuída la resistencia de la tela. No obstante, es una ventaja específica del presente procedimiento que la pérdida de resistencia que se produce durante el procedimiento de este invento es mucho menor que la que acompaña a los procedimientos por lo que se trata una tela, a un tiempo, con una resina textil reactiva en húmedo en un medio ácido y con un reactivo que reacciona en medio básico.

El compuesto polifuncional puede ser aplicado al material textil como un solo compuesto que tenga en la molécula grupos reactivos tanto en condiciones ácidas como en condiciones básicas, aunque es posible aplicar al material textil una mezcla de los compuestos la cual, en las condiciones de curado de la resina textil o en las condiciones empleadas con anterioridad a él, se convierte en un compuesto que tiene los grupos reactivos en condi-



5 ciones ácidas y en condiciones básicas deseado. Por ejemplo, puede prepararse una solución que contenga acrilamida, por lo menos dos moles de formaldehído por mol de ella y el catalizador de acción ácida deseado, impregnarse con ella el material celulósico que está siendo tratado. Por otra parte, puede hacerse que la acrilamida y el formaldehído reaccionen en una solución acuosa de una mezcla de esos compuestos, especialmente si se ha calentado, en cuyo caso el producto resultante tendría dos grupos reactivos en condiciones ácidas y un grupo reactivo en condiciones básicas en la molécula, como se describió anteriormente.

15 Los catalizadores de resina textil empleados durante la fase de calentamiento en las condiciones de curado de la resina textil son una clase de compuestos bien conocidos e incluyen los compuestos de "acción ácida, es decir, aquellos compuestos que son de carácter ácido bajo condiciones de curado. Los más corrientes son las sales metálicas, por ejemplo, cloruro de magnesio, nitrato de zinc y fluorborato de zinc y las amino sales, por ejemplo, 20 -hidrocloruro de monoetanolamina y nitrato de 2-amino-2-metil-propanol. Las cantidades de catalizador a ser empleadas son las mismas que las empleadas cuando se utilizan las resinas textiles usuales, por ejemplo, hasta aproximadamente el 20 % en peso del compuesto que reacciona en condiciones ácidas empleado, siendo el margen preferido de variación desde aproximadamente el 0,5 % hasta 25 aproximadamente el 10 %.

30 Aún cuando puede utilizarse cualquier catalizador de acción ácida, se prefiere generalmente usar un catali-

zador ácido fuerte, tal como el nitrato de zinc y similares, dado que, con estos catalizadores ácidos más fuertes se obtienen, de modo un tanto sorprendente, propiedades mejoradas tales como propiedades elásticas mejoradas en seco y en húmedo. A este respecto, se consideran fuertemente ácidos compuestos como el nitrato de zinc el cual produce valores relativamente bajos de pH en la tela durante el curado, mientras que los compuestos como el cloro de magnesio se consideran débilmente ácidos.

La selección del catalizador de acción básica es particularmente crítica para la producción de una tela "presensibilizada" que soporte un almacenamiento normal. El catalizador de acción básica es un compuesto que no inicia la reacción entre el grupo reactivo en condiciones básicas y los grupos hidroxilo de la celulosa en condiciones normales, pero que inicia la reacción en las condiciones prescritas, tales como de elevada temperatura o de algún otro medio activador, como mediante el uso de otro compuesto químico. Por ejemplo, puede impregnarse la tela con un sulfito de metal alcalino y descomponerse éste en hidróxido de metal alcalino fuertemente básico, incluyendo pequeñas cantidades de formaldehído en el vapor de agua utilizando para el curado. No obstante, el catalizador de acción básica latente aquí utilizado, comprende preferiblemente sales de tierras alcalinas, tales como carbonatos de metal alcalino como el bicarbonato sódico, el cual es de neutro o débilmente alcalino, por ejemplo, de pH de aproximadamente 8,5 en la tela, pero que se descompone a temperaturas superiores a unos 80° C para formar la base más fuerte, carbonato sódico, la

16 MAR 1957



5 cual iniciará la reacción sustancial a las elevadas tem-  
peraturas utilizadas durante el curado en prensa. Si se  
desea, puede utilizarse carbonato sódico ya que el pH de  
9,5 en tela, producido por este compuesto en condiciones  
normales, es generalmente insuficiente para iniciar la  
reacción deseada en cualquier medida apreciable en las  
condiciones de temperatura normal. No obstante, las telas  
con niveles de pH superiores a 10 aproximadamente, se de-  
gradan gradualmente durante el almacenamiento y se prefie-  
10 ren catalizadores esencialmente neutros o débilmente al-  
calinos cuando se deseen propiedades de almacenamiento.

Entre los catalizadores, de acción básica adicione-  
les se incluyen el bicarbonato potásico, el carbonato po-  
tásico, el silicato sódico, los fosfatos de metal alcali-  
15 no, tales como el fosfato sódico y fosfato potásico; el  
carbonato bórico, los carbonatos e hidróxidos de amonio  
cuaternarios, por ejemplo, el carbonato y el hidroxido de  
lauril trimetilamonio y similares.

Estas bases se emplean usualmente como soluciones  
20 del 0,2 % aproximadamente al 16 % aproximadamente, pre-  
feriblemente del 2 % aproximadamente al 16 % aproxima-  
damente. La concentración exacta, si bien no es crítica,  
afectará a los resultados obtenidos. La concentración  
que proporciona el resultado óptimo dependerá, en parte,  
25 del porcentaje de absorción de la base por el material  
textil, de la temperatura a la cual se efectúe la reac-  
ción, y de la cantidad de base consumida en la reacción.  
Si durante la reacción es liberado un grupo altamente áci-  
do, la cantidad de base aplicada al material textil debe-  
30 rá ser al menos la cantidad que sea consumida a por ese

294457

grupo. Generalmente, se prefiere una solución acuosa de base del 3 % al 10 % cuando la absorción está comprendida entre aproximadamente el 30 % y 130 %, calculados sobre el peso del material textil seco.

5 Durante la realización de la fase de calentamiento inicial del procedimiento de este invento, el material celulósico, uniformemente impregnado con el compuesto orgánico polifuncional preferido que tiene al menos dos grupos reactivos en condiciones ácidas y al menos un grupo reactivo en condiciones básicas, se calienta en condiciones de curado de la resina textil en presencia de un catalizador de acción ácida. Como se dijo ya antes, el compuesto polifuncional puede ser el que se ha aplicado inicialmente al material textil o puede ser el que se ha aplicado inicialmente al material textil o puede ser el producto de una reacción in situ de un compuesto que contiene dos grupos reactivos en condiciones ácidas y un compuesto que contiene un grupo reactivo en condiciones básicas. En condiciones ordinarias, esta fase emplea condiciones idénticas a las de un tratamiento convencional de resina. Por ejemplo, los reactivos seleccionados pueden ser aplicados al material textil por impregnación, pulverización, o rodillo aplicador y pasarse luego a través de rodillos de exprimir, si es necesario, para lograr la absorción deseada de los reactivos. Puesto que estos reactivos se aplican ordinariamente como soluciones acuosas, el material textil se seca y luego se calienta a la temperatura apropiada, por ejemplo, de 100° a 200° C aproximadamente, preferiblemente de 140° a 190° C aproximadamente, para fijar químicamente el compuesto al mate-

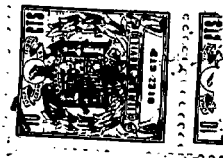
10

15

20

25

30



rial textil. Cuando se emplea tela, estas fases de secado y curado se efectúan mientras la tela está exenta de arrugas extrañas, usualmente en un estado liso y extendido a todo lo ancho.

5           Para esta operación es adecuado el equipo convencional de curado. Por ejemplo, cuando se emplea una tela, pueden aplicarse los reactivos con el equipo usual y pasarse luego a través de rodillos de exprimir y secar, por ejemplo, a la temperatura ambiente o mientras la tela pasa a través de un horno de aire caliente o sobre cilindros huecos calentados. En producción, se prefiere efectuar las operaciones de calentamiento en un bastidor tensor para mantener las dimensiones deseadas.

10

15           Al material textil así tratado se le da luego ordinariamente un lavado a fondo para eliminar el catalizador y cualesquiera reactivos que no hayan reaccionado. Si se emplean reactivos suficientes en esta fase, se comprobará que el material textil posee un alto grado de elasticidad en seco en esta fase.

20           La fase de poner en contacto el material textil con el catalizador de acción básica deseado emplea condiciones generalmente empleadas en la industria textil, y las técnicas necesarias serán evidentes para los expertos en esta técnica. Por ejemplo, la impregnación del material textil con el catalizador seleccionado puede realizarse de una manera similar a las empleadas en la fase anterior. El material puede ser humedecido sumergiéndolo en una solución acuosa de la base seleccionada, y exprimiéndolo a través de rodillos para alcanzar la absorción deseada de la base.

25

30

La tela se seca luego en condiciones insuficientes para que el catalizador de acción básica inicie la reacción sustancial entre el grupo reactivo en condiciones básicas y los grupos hidroxilo de la celulosa. La tela  
5 conteniendo el catalizador latente es luego enviada a los fabricantes de prendas para la producción de prendas que pueden ser subsiguientemente prendas para obtener propiedades elásticas tanto en seco como en húmedo, además de pliegues o dobleces duraderos bien marcados.

10 Cuando se realiza primero la fase reactiva en condiciones básicas, se utilizan preferentemente bases acuosas fuertes que tengan un pH de la menos 10 en forma de solución acuosa al 1 %. Las bases más corrientes empleadas son los hidroxidos de metal alcalino, aunque pueden  
15 emplearse igualmente otros compuestos tales como el silicato sódico, el carbonato sódico y el carbonato potásico. Estas bases se emplean usualmente como soluciones del 0,2 % aproximadamente al 16 % aproximadamente, preferiblemente del 2 % aproximadamente al 16 % aproximadamente.  
20 La concentración exacta, si bien no es crítica, afectará a los resultados obtenidos, La concentración que proporciona el resultado óptimo dependerá, en parte, del porcentaje de absorción de la base por el material textil, de la temperatura a la cual se efectúa la reacción, y de  
25 la cantidad de base consumida en la reacción. Si durante esta reacción se libera un grupo altamente ácido, la cantidad de base aplicada al material textil debería ser el menos la cantidad que será consumida por ese grupo. Generalmente, se prefiere una solución acuosa de base del 3 %  
30 al 10 % cuando la absorción está comprendida entre el 30 %



y el 130 % aproximadamente, calculados sobre el peso del material textil seco. En esta realización del invento se prefiere usar un compuesto polifuncional que tenga al menos dos grupos reactivos en condiciones básicas, por ejemplo, los derivados de la metileno-bis-acrilamida, a fin de proporcionar elasticidad en húmedo duradera durante el curado en el lado básico.

Luego se puede impregnar el material celulósico con un catalizador ácido latente, por ejemplo, cualquiera de los catalizadores ya citados anteriormente, aunque preferiblemente se aplica un catalizador débil. Después de secar en condiciones insuficientes para producir la reacción sustancial entre el grupo o los grupos reactivos en condiciones ácidas y los grupos hidroxilo de la celulosa, se obtiene una tela presensibilizada. Las prendas producidas a partir de estas telas pueden ser fijadas de modo duradero por prensado en condiciones de curado de la resina textil. El tiempo de almacenamiento y las propiedades elásticas en húmedo serán generalmente inferiores en esta realización del invento.

Los materiales textiles que pueden ser tratados de acuerdo con los procedimientos de este invento son aquellos en que las unidades de glucosa anhidra no están sustancialmente modificadas químicamente. Así pues, cuando aquí se utiliza el término "material textil celulósico" significa cualquier material textil que comprenda fibras dentro de la definición anterior, por ejemplo, algodón, papel, lienzo de hilo, yute, lino, fibras de celulosa regeneradas, incluido el rayón de viscosa, en forma de fibra cortada, hilo y telas.

El invento está dirigido principalmente, y preferiblemente, a telas textiles celulósicas, ya tejidas o ya de punto, preferiblemente tejidas. No obstante, pueden lograrse las ventajas de este invento tratando las fibras celulósicas, los hilos o las hebras empleadas para producir esas telas. Cuando con el material así tratado se teja o se hace punto para formar una tela se producirá una tela que tiene mejor elasticidad en seco y en húmedo que una tela idéntica tejida a partir de hilo o hebra idénticos no tratados. Además, las propiedades del hilo cortado y de la hebra resultan modificadas en un sentido deseable. Por ejemplo, la fibra cortada es menos propensa a comprimirse en masas durante la elaboración en seco o en húmedo.

Pueden alcanzarse resultados satisfactorios empleando materiales celulósicos que contengan fibras tanto celulósicas como no celulósicas, especialmente si las fibras no celulósicas tienen características propias de requerir un cuidado mínimo. Por ejemplo, puede mejorarse por este procedimiento la elasticidad en seco y en húmedo de las telas formadas a partir de una mezcla de poliéster, tal como tereftalato de polietileno, poliamida tal como adipamida de polihexametileno, o fibras acrílicas, tales como poliacrilonitrilo y copolímeros que contengan al menos el 85 % aproximadamente de filamentos o fibras de acrilonitrilo combinadas con algodón o rayón. Evidentemente, si las fibras no celulósicas tienen características de requerir un cuidado mínimo, las características mejoradas de los materiales tratado de acuerdo con el procedimiento de este invento serán más fácilmente aparentes



cuando el contenido celulósico de la tela sea sustancial, por ejemplo, de alrededor del 40 % o más en peso. Como ya se dijo antes, el invento está principalmente dirigido a telas, preferiblemente compuestas esencialmente por materiales celulósicos, especialmente algodón. Como tela de partida se emplea usualmente tela blanqueada y usualmente también mercerizada comercialmente o estampada, por ejemplo, tejido estampado, popelín y tejido oxford.

Después de la fase de curado inicial en el lado ácido, el material celulósico contiene preferiblemente el menos 1,8 aproximadamente de grupos hidroxilo no sustituidos y al menos 0,05 grupos hidroxilo por unidad de glucosa anhidra sustituidos mediante un enlace éter por un radical que tenga un agrupamiento terminal reactivo ha los grupos hidroxilo de la celulosa. En caso usual, como cuando se hacen reaccionar primero los grupos reactivos en condiciones ácidas del compuesto polifuncional, el sustituyente es reactivo en condiciones básicas.

Se prefiere tal grado de sustitución para que tenga lugar en medida satisfactoria la reacción de reticulación deseada. Preferiblemente, hay al menos dos grupos hidroxilo no sustituidos y, más preferiblemente, al menos 2,5 grupos hidroxilo no sustituidos por unidad de glucosa anhidra por la misma razón. De los restantes grupos hidroxilo, un promedio de al menos 0,05, y más preferiblemente de 0,2 a 0,5 grupos hidroxilo por unidad de glucosa anhidra están sustituidos mediante un enlace eter a uno de los grupos R descritos anteriormente.

Además del número preferido de grupos hidroxilo libres y de grupos sustituidos por radicales reactivos, el

294457

material celulósico puede tener una pequeña proporción de grupos hidroxilo sustituidos por grupos eter o ester, por ejemplo ésteres de hidrocarburos inferiores, incluidos los esteres de acetato, propianato, butirato, benzoato, sulfato, fosfato, arilo y alcohilo; eteres de alchilo inferior incluidos los de metilo y etilo, y los hidroxialcohilo, tales como los éteres de hidroxietilo y de carboximetilo.

En ciertos casos, la adición de agentes reductores, como los borohidruros de metales alcalinos, por ejemplo el borohidruro ródico y el borohidruro potásico; de sulfitos de alcanolamina, tales como el sulfuro de monoetanolamina, sulfito de monoisopropanolamina y otros que contengan hasta aproximadamente 8 átomos de carbono en la cadena de alcohilo y similares, pueden aplicarse al material celulósico que está siendo tratado para inhibir cualquier amarilleo que pudiera tender a producirse en las condiciones de fijación en el estado de la prenda. Además, cuando se aplica borohidruro sódico juntamente con bicarbonato sódico, se reduce el tiempo de prensado en la prensa Hoffman, por ejemplo, a 30-60 segundos sin amarilleo de la tela cuando se utiliza vapor de agua, mientras que sin vapor de agua se requerirían hasta 5 minutos para obtener el mismo resultado. También se producen dobleces duraderos en tan solo 10 segundos usando una prensa de platina caliente a 177° C.

Las propiedades físicas de las telas tratadas de acuerdo con el procedimiento de este invento determinadas de acuerdo con los métodos estandar aceptados. La resistencia al desgarramiento fué determinada según el En-



sayo de designación D-1424-59 de la A.S.T.M. (Sociedad Americana para el Ensayo de Materiales). La resistencia a la tracción fué determinada según el Ensayo de designación D-39-59 (Núm. 10) de la A.S.T.M.. El ángulo de recuperación de doblez fué determinado según el Ensayo de designación HD 1295-53 de la A.S.T.M., (1959). Los valores de secado plano se determinaron según el Ensayo de designación T-88-1958 de la A.A.T.C.C..

En los Ejemplos siguientes se muestran realizaciones preferidas del presente invento.

EJEMPLO I

Preparación de N,N-dimetilolcloroacetamida

A 1.620 gramos de formaldehido al 37 % (20 moles), ajustado a un pH de 7,5 con solución normal de hidróxido sódico y calentado a 40° C, se añaden lentamente 935 gramos de 2-cloroacetamida (10 moles ), con la adición concomitante de solución normal de hidróxido sódico para mantener el pH lo más aproximado posible a 7,5. La solución completa de la 2-cloroacetamida se alcanza después de 1,5 horas aproximadamente, después de lo cual se ajusta el pH a 7,5 exactamente y se deja que la solución se enfríe a la temperatura ambiente y repose durante toda la noche. Luego se añade agua hasta un peso total de 4.600 gramos, lo que dá una solución que contiene el 33 % en peso de N,N-dimetilolcloroacetamida.

294457

## EJEMPLO II

5 Con el producto de reacción acuosa preparado de  
acuerdo, con el procedimiento del Ejemplo I se prepara  
una solución acuosa de la siguiente composición: 30 %  
de la solución del Ejemplo I, 1 % de hexahidrato de ni-  
trato de zinc, 6% de reblandecedor de polietileno Moropol  
700 y 1/3 % de agente activo de superficie Surfonic  
10 N-95. La solución resultante se aplica a popelín de algo-  
dón mercerizado y blanqueado de 136 x 64, 146 grs/m<sup>2</sup>  
( en curado), impregnándolo con ella y luego exprimiéndolo  
a través de rodillos de contacto a una presión de 4,2  
kilogramos por centímetro cuadrado para proporcionar una  
15 absorción del 75 % aproximadamente, basado en el peso de  
la tela seca. La tela se seca sobre cilindros huecos ca-  
lientes y luego se cura haciéndola pasar a través de un  
horno de curado a unos 177° C durante 1,5 minutos. La  
tela resultante se impregna luego hasta una absorción del  
20 75 % aproximadamente con una solución al 5 % de bicarbo-  
nato sódico en agua, y se seca al aire para dar la tela  
presensibilizada.

El prensado de la tela presensibilizada en presen-  
cia de vapor de agua en la prensa Hoffman durante 5 minu-  
25 tos comunica pliegues o dobleces que son duraderos al  
lavado.

## EJEMPLO III

30 Preparación de N-N-dimetilolacrilamida

294457



1.620 gramos de formaldehído al 37% ( 20 moles )  
se ajustan a un pH de 10,0 por adición de solución 5N  
de hidróxido sódico. A esta solución se añaden 710 gramos  
de acrilamida (10 moles) y 3 gramos de inhibidor de me-  
5 tilhidroquinona. Con el pH mantenido todavía en 10,0 se  
calienta la solución a 60° C durante una hora, se enfría  
y luego se neutraliza hasta un pH de 7,5 por adición de  
ácido clorhídrico 3N. Se añade luego agua suficiente  
para incrementar el peso total a 2.660 gramos, dando con  
10 ello una solución que contiene un 50 % en peso de N-N-  
-dimetilolacrilamida.

#### EJEMPLO IV

15

Muestras de la misma tela de partida que la des-  
crita en el <sup>o</sup> ejemplo II se impregnan de la manera allí des-  
20 crita con la siguientes soluciones acuosas:

25	El producto de la reacción acuosa preparado de acuer- do con el Ejemplo III	20 %
	Hexahidrato de nitrato de zinc	1 %
	Reblandecedor de polietileno:	
	Moropol 700	6 %
	o Syn-Soft LS	10 %
30	agente activo de superficie (Sur- fonic N-95)	1/3 %

294457

Todas las muestras de tela se secan sobre cilindros huecos calientes y se curan pasándolas a través de un horno de curado a unos 177° C durante 1,5 minutos. Las telas resultantes se impregnan hasta una absorción del 75 % aproximadamente con una solución acuosa que contiene 0,2 % de borohidruro sódico y 4 % de bicarbonato sódico, seguido de un secado al aire para proporcionar las telas presensibilizadas. El prensado de las telas presensibilizadas en presencia de vapor de agua en la prensa Hoffman durante un minuto inserta excelentes pliegues o dobleces, que son duraderos y mantienen su buen aspecto después de lavados. Las áreas planas de las telas son lisas y esencialmente exentas de arrugas. Las propiedades físicas de las telas así tratadas se han presentado en la Tabla I, comparadas con las propiedades de una muestra de control de la misma tela inmediatamente después de curada en el horno de curado.

5

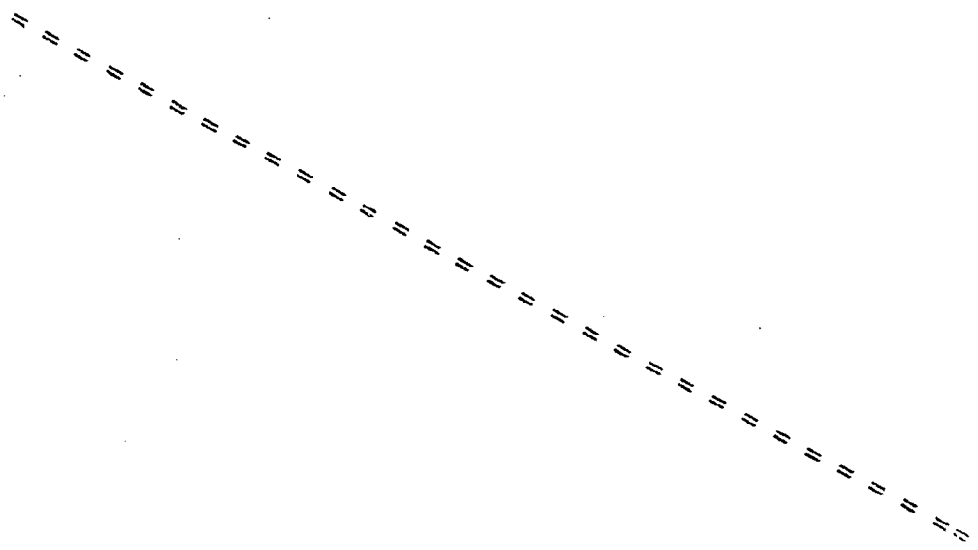
10

15

20

25

30



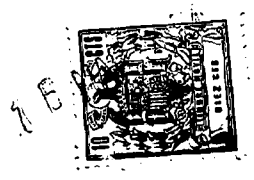
294457

TABLA I

Muestra	Reblande cedor de Polietileno	Relleno Seco Resistencia a la Tracción (kg)	Relleno Seco Resistencia al Desgastamiento (grs)	Rotación		Volteo	
				Valor	Secado Plano	Valor	Secado Plano
Control	-	30,78	1.150	1,0		1,0	
1. Curado únicamente	Moropol 700	21,02	840	1,4		3,1	
Después $\text{NaHCO}_3$ y prensado		15,66	560	4,1		4,2	
2. Curado únicamente	Moropol 700	20,93	822	1,7		3,4	
Después $\text{NaHCO}_3$ y prensado		17,61	638	3,9		4,2	
3. Curado únicamente	Syn-Soft IS	22,52	900	1,5		3,5	
Después $\text{NaHCO}_3$ y prensado		17,16	702	3,9		4,5	



EJEMPLO V



5

Se repite el procedimiento del Ejemplo IV, excepto que el secado se realiza a 100° C y el curado durante un minuto a 160°, 163° y 166° C en un horno de curado de bastidor tensor comercial, y después de impregnarse las muestras con la solución de bicarbonato se secan en el mismo bastidor tensor a 65° C.

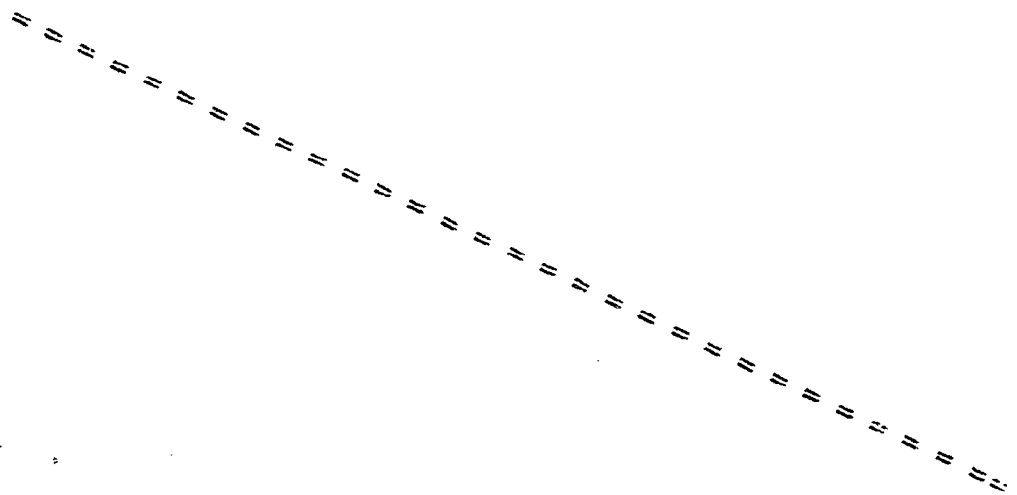
10

Además, se efectúa el prensado en prensa Hoffman en vapor de agua durante un minuto o cuatro minutos. En cualquier caso, las telas finales poseen excelentes dobleces que son duraderos al lavado., Las telas han sido prensadas durante cuatro minutos presentan características sobresalientes de comportamiento en cuanto al secado plano. En la Tabla II se han registrado las propiedades físicas de las telas inmediatamente después del curado, de las telas presensibilizadas y de las telas finales prensadas.

20

25

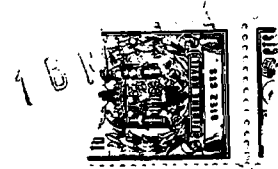
30



294457

Número	Descripción	Temp. 90°	Relleno Seco		Notación		Volteo	
			Resistencia a la Tracción (kg)	Resistencia al Desgarramiento (gms)	Secado Plano Valor	Secado Plano Valor		
1.-	Curado únicamente	160	20,93	840	3,1	3,8		
	Presensibilizado con NaHCO <sub>3</sub>	160	19,84	668	3,1	3,9		
	Presensibilizado y prensado	160	16,58	620	3,3	4,6		
2.-	Presensibilizado y prensado	163	15,80	596	4,0	4,6		
	Curado únicamente	163	20,84	812	3,2	3,8		
	Presensibilizado con NaHCO <sub>3</sub>	163	21,93	672	3,0	3,9		
3.-	Presensibilizado y prensado	166	18,30	616	3,4	4,7		
	Presensibilizado	166	17,02	556	3,8	4,8		
	Curado únicamente	166	19,66	800	2,8	3,8		
4.-	Presensibilizado con NaHCO <sub>3</sub>	160	18,93	648	3,1	4,1		
	Presensibilizado y prensado	160	16,62	568	3,4	4,6		
	Presensibilizado	160	15,25	520	3,9	4,7		
5.-	Unicamente curado	163	19,02	752	3,2	3,9		
	Presensibilizado con NaHCO <sub>3</sub>	163	21,36	652	3,3	4,0		
	Presensibilizado y prensado	163	16,03	624	3,8	4,9		
6.-	Presensibilizado y prensado	166	14,94	552	4,0	4,8		
	Unicamente curado	166	18,11	780	3,0	3,9		
	Presensibilizado con NaHCO <sub>3</sub>	166	20,70	696	3,3	4,0		
7.-	Presensibilizado y prensado	166	17,02	620	3,4	4,6		
	Presensibilizado	166	15,48	552	3,9	4,9		
	Unicamente curado con NaHCO <sub>3</sub>	166	17,71	696	3,2	3,9		
Control	Presensibilizado y prensado	166	17,25	596	3,4	4,3		
	Presensibilizado	166	15,58	552	3,7	4,8		
	Presensibilizado y prensado	166	14,21	524	4,2	4,9		
Control		166	28,56	820	1,0	1,0		





EJEMPLO VI  
=====

5           Se trata tela de algodón como en el Ejemplo IV excep-  
to en que el catalizador de bicarbonato sódico se susti-  
tuye por carbonato sódico. La tela, después de impregnada  
con el catalizador de carbonato sódico, se seca sobre ce-  
lindros huecos calentados a 110° C. En estas condciones,  
la tela no alcanza la temperatura de los cilindros hue-  
10       cos calientes de tal modo que no se produce la reacción  
entre los grupos no saturados etilénicamente y los grupos  
hidroxilo de la celulosa en un grado suficiente para des-  
truir la propensión de las telas para fijado duradero  
subsiguiente.

15

EJEMPLO VII  
=====

20           Se repite el procedimiento del Ejemplo IV excepto  
en que la solución de tratamiento se prepara simplemente  
añadiendo 710 gramos de acrilamida ( 10 moles ) y 3 gra-  
mos de metilhidroquinona a 1.620 gramos de formaldehido  
25       al 37 % ( 20 moles ) ajustados a un pH de 7,5. La solu-  
ción resultante se diluye con 330 gramos de agua, y a  
partir de ella se prepara una solución de tratamiento co-  
mo se ilustró en el Ejemplo IV. Con esta solución se re-  
llena la tela sin calentar. Aún cuando puede haber ocurri-  
do alguna reacción en la solución, se cree que los com-

30

7

ponentes de ella reacción in situ en la tela para formar el di-eter reticulado deseado durante la operación de curado inicial.

5 Por este procedimiento se obtienen resultados sustancialmente similares.

#### EJEMPLO VIII

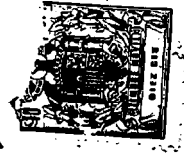
10 Se repite el procedimiento del Ejemplo IV excepto en que el producto de reacción del Ejemplo II se prepara a partir de formaldehído ( 10 moles ) y metileno-bis-acrilamida ( 10 moles ) en condiciones similares.

15 Las telas tratadas de esta manera están satisfactoriamente presensibilizadas, pero no tan bien como las telas tratadas como en el Ejemplo IV.

#### EJEMPLO IX

20 En la prensa Hoffman se hacen dobleces bien marcados en un par de pantalones para hombre confeccionados a partir de la tela presensibilizada del Ejemplo IV. Tras inmersión en agua a 60° C durante 30 minutos y secado, los dobleces de los pantalones siguen bien marcados y tienen un aspecto pulcro.

30



EJEMPLO X

5                    Se emplea también como agente presensibilizador el  
producto de la reacción del glioxal con dos equivalentes  
molares de acrilamida. Se ajustan 285 gramos de glioxal  
al 40 % ( 2 moles ) y 95 gramos de agua a un pH de 8,0  
con solución normal de hidróxido sódico. Se añaden 284  
10                    gramos de acrilamida y 3 gramos de inhibidor de metilhi-  
droquinona y se calienta la mezcla a 50° C durante 1,5  
horas y se enfría. La tela de partida del Ejemplo II se  
impregna como allí se describía con una solución que com-  
prende un 20 % de la solución anterior, un catalizador á-  
15                    cido ( 1%  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ), ó 2 % de catalizador MX), un  
6 % de reblandecedor de polietileno Moropol 700 y 1/3 %  
de agente activo de superficie Surfonic N-95. Después de  
secadas sobre cilindros huecos calientes, se curan las te-  
las a 177° C durante 90 segundos, se lavan y se secan.

20                    Estas telas se impregnan hasta aproximadamente un  
100 % de absorción con una solución que comprende bicar-  
bonato sódico al 4 % y borohidruro sódico al 0,2 %, y se  
secan al aire para dar las telas presensibilizadas. El  
prensado durante 60 segundos en presencia de vapor de  
25                    agua en la prensa Hoffman, es suficiente para comunicar  
dobletes moderadamente buenos a las telas presensibiliza-  
das, los cuales son duraderos al lavado.

30

294457

#### EJEMPLO XI

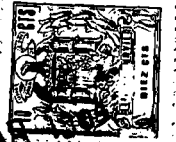
5           Se repite el procedimiento del Ejemplo X excepto en  
que se utilizan como agentes presensibilizador el produc-  
to de la reacción de un mol de acroleína y 3 moles de a-  
crilamida, condensada a un pH 2 por calentamiento a 60°  
10           C durante 30 minutos. La tela se impregna con una solu-  
ción al 50 % ( ajustada a un pH de 9 ) del producto de la  
reacción que contiene 3 moles de formaldehído. Se obtienen  
resultados sustancialmente similares.

#### EJEMPLO XII

15           Se repite el procedimiento del Ejemplo IV excepto  
en que la solución acuosa contiene 10 % de la sal sódica  
20           del monoestersulfato de di- -hidroxi-etil-sulfona, 10 %  
de trimetilol urea juntamente con los mismos catalizador,  
reblandecedor y agente activo de superficie. Se obtienen  
resultados sustancialmente similares.

#### EJEMPLO XIII

25           Se repite el procedimiento del Ejemplo II excepto  
30



16 MAR

en que se añade un 5 % de dimetilol-N-hidroxiáttil triazona a la solución de tratamiento inicial. Los productos prensados están caracterizados por propiedades de resistencia más elevada y mejores valores de volteo.

5

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América con fecha 13 de diciembre de 1.962, bajo el Número 244.271, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

N O T A

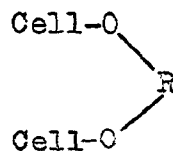
15

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

20

1º.- Un procedimiento para producir nuevos materiales celulósicos que comprende proveer un material celulósico correspondiente a la fórmula general:

25



30

en que Cell es el residuo de una molécula de celulosa y R es un radical orgánico que contiene al menos un grupo

254457





y X está seleccionado entre oxígeno y azufre.

7<sup>a</sup>.- El procedimiento del punto 6 en que R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> son hidrógeno y X es oxígeno.

5           8<sup>a</sup>.- Un procedimiento para producir material celulósico que tiene una propensión para fijación permanente posterior que comprende: (1) impregnar un material celulósico con (a) un compuesto orgánico polifuncional que contiene al menos 3 grupos reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa, siendo al menos dos de dichos grupos reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa en condiciones marcadamente diferentes en la reactividad de al menos otro de dichos grupos y (b) un catalizador para la reacción de solo uno de los tipos de dichos grupos con los grupos hidroxilo de la celulosa; (2) exponer dicho material a condiciones en que dichos grupos catalizados reaccionen con los grupos hidroxilo de la celulosa y bajo los que dicho grupo de reactividad de marcadamente diferentes es sustancialmente no reactivo con los grupos hidroxilo de la celulosa; (3) impregnar dicho material celulósico con un compuesto que cataliza la reacción entre el tipo restante de grupos y los grupos hidroxilo de la celulosa a temperaturas elevadas; y (4) secar dicho material celulósico bajo condiciones insuficientes para iniciar la reacción sustancial entre R y los grupos hidroxilo de la celulosa, para proveer una tela caracterizada por una propensión a la fijación permanente posterior en cualquier configuración deseada cuando está expuesta a condiciones en que la reacción sustancial es efectuada entre el segundo tipo de grupos reactivos y los grupos hidroxilo de la celulosa.

10

15

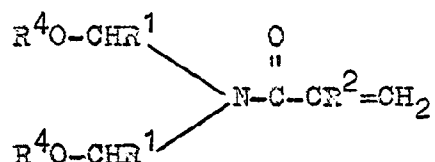
20

25

30

9º.- El procedimiento del punto 8 en que el compuesto polifuncional correspondiente a la fórmula general:

5



10

en que  $\text{R}^4$  y  $\text{R}^2$  están seleccionados entre hidrógeno y alcohol inferior y  $\text{R}^1$  está seleccionado entre hidrógeno, alcohol inferior y el residuo de un aldehído saturado o sin saturar.

15

10º.- El procedimiento del punto 9 en que  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^4$  son hidrógeno.

20

11º.- Un procedimiento para producir material celulósico que tiene una propensión para fijación permanente posterior que comprende: (1) impregnar dicho material con un catalizador de resina textil y un compuesto orgánico polifuncional que contiene al menos tres grupos funcionales reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa, siendo al menos dos de dichos grupos reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa bajo condiciones de curado de la resina textil, y al menos un tercer grupo funcional que es esencialmente inerte bajo dichas condiciones pero que es reactivo con los grupos hidroxilo de la celulosa bajo condiciones alcalinas a temperaturas elevadas; (2) calentar dicho material celulósico bajo condiciones de curado de la resina textil para hacer reaccionar dicha primera clase de grupos funcionales con los

25

30



10 MAR

grupos hidroxilo de dicho material celulósico, con lo que dicho compuesto polifuncional es fijado químicamente a dicho material celulósico; (3) impregnar dicho material celulósico con un catalizador que es alcalino a temperaturas elevadas; y (4) secar dicho material celulósico a temperaturas lo suficientemente bajas para que no se produzca la reacción sustancial entre los grupos hidroxilo del material celulósico y la segunda clase de grupos funcionales, para proveer un material celulósico caracterizado por una propensión a la fijación permanente posterior en cualquier configuración deseada cuando está expuesto a temperaturas suficientemente elevadas para efectuar la reticulación sustancial del material celulósico eterificado.

5

10

15

12º.- El procedimiento del punto 11 en que el compuesto polifuncional comprende N,N-dimetilolacrilamida.

20

13º.- Un procedimiento para producir prendas de material celulósico que tienen una propensión a la fijación permanente posterior que comprende: (1) impregnar dicho material celulósico con un catalizador de resina textil y un compuesto orgánico polifuncional que contiene al menos tres grupos funcionales reactivos con los grupos hidroxilo de la celulosa, siendo reactivo al menos dos de dichos grupos con los grupos hidroxilo de la celulosa bajo condiciones de curado de la resina textil, y al menos un tercer grupo funcional que es sustancialmente inerte bajo dichas condiciones para que es reactivo con los grupos hidroxilo de la celulosa bajo condiciones alcalinas a temperaturas elevadas; (2) calentar dicho material celulósico bajo condiciones de curado de la resina textil pa-

25

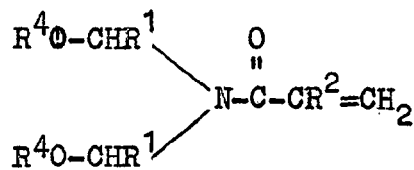
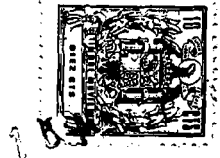
30

ra hacer reaccionar dicha primera clase de grupos funcionales con grupos hidroxilo de dicho material celulósico, con lo que dicho compuesto polifuncional es fijado químicamente a dicho material celulósico; (3) impregnar dicho material celulósico con un catalizador que es alcalino a temperaturas elevadas; (4) secar dicho material celulósico a temperaturas lo suficientemente bajas para que no se inicie la reacción sustancial entre los grupos hidroxilo del material celulósico y la segunda clase de grupos funcionales; (5) formar una prenda a partir de dicho material, estando caracterizada dicha prenda por una propensión para la fijación permanente posterior en cualquier configuración deseada cuando es expuesta a la temperatura elevada a la que el catalizador inicia la reacción sustancial entre los grupos hidroxilo del material celulósico y la segunda clase de grupos funcionales.

14<sup>a</sup>.— El procedimiento del punto 13 en que el catalizador de acción básica está seleccionado entre el grupo que consta de bicarbonato de metal alcalino y carbonato de metal alcalino.

15<sup>a</sup>.— El procedimiento del punto 13 en que la prenda es doblada y prensada durante la exposición al vapor de agua para iniciar la reacción entre los grupos reactivos alcalinos y los grupos hidroxilo de la celulosa para proveer una prenda celulósica estable y fijada permanentemente.

16<sup>a</sup>.— El procedimiento del punto 13 en que el compuesto polifuncional está caracterizado por la fórmula general:



5

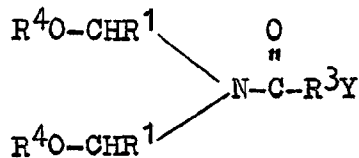
en que  $\text{R}^4$  y  $\text{R}^2$  están seleccionados entre hidrógeno y alcohol inferior y  $\text{R}^1$  está seleccionado también entre hidrógeno, alcohol inferior y el residuo de un aldehído saturado o sin saturar.

10

17º.- El procedimiento del punto 16 en que  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$  y  $\text{R}^4$  son hidrógeno.

18º.- El procedimiento del punto 13 en que el compuesto polifuncional está caracterizado por la fórmula general:

15



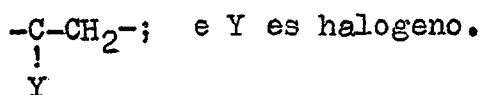
20

en que  $\text{R}^4$  está seleccionado entre hidrógeno y alcohol inferior;  $\text{R}^1$  está seleccionado entre hidrógeno, alcohol inferior y el residuo de un aldehído saturado o sin saturar;  $\text{R}^3$  está seleccionado de entre  $-\text{CHR}^2$ ,  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ ,  $-\text{CHR}^2\text{CH}_2$ ,  $-\text{CH}_2\text{CHR}^2$ ,  $-\text{CHR}^2\text{CHR}^2$ , y

25

30

296457



19<sup>o</sup>.- El procedimiento del punto 18 en que R<sup>4</sup> y R<sup>1</sup> son hidrógeno y R<sup>3</sup> es -CH<sub>2</sub>-.

5           20<sup>o</sup>.- Un procedimiento para producir prendas de tela de algodón que tienen fijación de configuración permanente en ellas que comprende: (1) impregnar dicho material celulósico con un catalizador de resina textil y un compuesto orgánico polifuncional que contiene al menos dos

10           grupos funcionales que son reactivos con celulosa bajo condiciones de curado de la resina textil y al menos un tercer grupo funcional que es sustancialmente inerte bajo, dichas condiciones pero que es reactivo con la celulosa a temperaturas en exceso de unos 100<sup>o</sup> C en presencia

15           de una base fuerte; (2) calentar dicho material celulósico bajo condiciones de curado de la resina textil para hacer reaccionar dicho primer grupo funcional con dicho material celulósico con lo que dicho compuesto polifuncional es fijado químicamente a dicho material celulósico; (3)

20           impregnar dicho material celulósico con un catalizador que es fuertemente básico a temperaturas en exceso de unos 80<sup>o</sup> C; (4) secar dicho material celulósico a temperaturas suficientemente inferiores a unos 80<sup>o</sup> C de manera que no se inicie la reacción sustancial entre el material celu-

25           lósico y el segundo grupo funcional; (5) formar una prenda a partir de dicho material; (6) doblar dicha prenda en una configuración deseada; y (7) prensar la prenda bajo condiciones suficientes para iniciar la reacción sustancial del algodón con el tercer grupo funcional del

30           compuesto polifuncional para fijar químicamente la molécula



16

la de celulosa al compuesto polifuncional mediante un enlace eter adicional y fijar así dicha prenda en la configuración prensada, con lo que dicha prenda conservará sustancialmente dicha configuración prensada bajo la exposición posterior a condiciones de humedad.

5

21º.- El procedimiento del punto 20 en que dicha prenda es prensada en presencia de vapor de agua.

22º.- El procedimiento del punto 21 en que el nivel de humedad de la tela es mantenido por debajo de aproximadamente 20 % en exceso del nivel de humedad de recuperación de dicha tela hasta después de que la reacción de reticulación ha tenido lugar.

10

23º.- El procedimiento del punto 22 en que el nivel de humedad de la tela es mantenido por debajo del 10 % aproximadamente hasta después de que la reacción de reticulación ha ocurrido.

15

24º.- El procedimiento del punto 20 en que la tela de algodón está impregnada con una solución acuosa que contiene un catalizador de resina textil, acrilamida, y al menos dos moles de un aldehído saturado o sin saturar por mol de acrilamida.

20

25º.- El procedimiento del punto 24 en que la solución acuosa es calentada para hacer reaccionar la acrilamida y el aldehído antes de la impregnación de la tela de algodón con ella.

25

26º.- El procedimiento del punto 25 en que el aldehído comprende formaldehído.

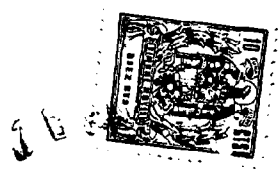
27º.- El procedimiento del punto 25 en que el catalizador de resina textil comprende nitrato de zinc.

30

28º.- El procedimiento del punto 25 en que se añade

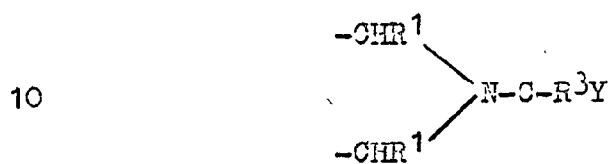
294457





en que R<sup>1</sup> está seleccionado entre hidrógeno, alcoholo inferior y el residuo de un aldehido saturado o sin saturar; R<sup>2</sup> está seleccionado entre hidrógeno y alcoholo inferior; y X está seleccionado entre azufre y oxígeno.

5                    32º.- Mejoras de acuerdo con el punto 30, según las cuales R está caracterizado por la fórmula

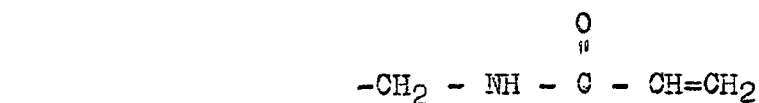


15                    en que R<sup>1</sup> está seleccionado entre hidrógeno, alcoholo inferior y el residuo de un aldehido saturado o sin saturar, y R<sup>3</sup> está seleccionado entre -CHR<sup>2</sup>-, -CHR<sup>2</sup>CHR<sup>2</sup>- y -C-CH<sub>2</sub>- ; R<sup>2</sup> está seleccionado entre hidrógeno y alcoholo inferior; X está seleccionado entre azufre y oxígeno; e Y es halógeno.

20

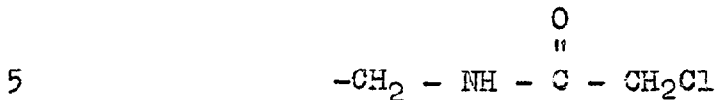
                  33º.- Mejoras de acuerdo, con el punto 30, según las cuales el catalizador comprende un compuesto que es débilmente alcalino en la tela pero que se convierte en una base fuerte a temperaturas en exceso de uno 80º C.

25                    34º.- Mejoras de acuerdo con el punto 33, según las cuales R es



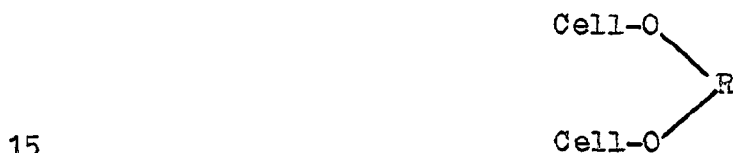
294457

35ª.- Mejoras de acuerdo con el punto 30 en que  
R es



10

36ª.- Mejoras introducidas en la fabricación de una tela de algodón, caracterizadas porque el material celulósico de la misma corresponde a la fórmula general



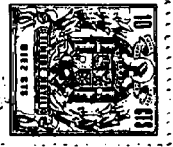
20

en que Cell es el, residuo de una molécula de celulosa y R es un radical orgánico reactivo con celulosa bajo condiciones catalizadas, conteniendo dicho material un compuesto que cataliza la reacción entre R y los grupos hidroxilo de celulosa a temperaturas elevadas, siendo mantenido dicho material celulósico en condiciones por debajo de las cuales se produce reacción sustancial entre R y la celulosa.

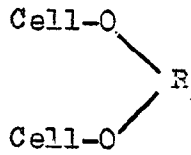
25

37ª.- Mejoras introducidas en la fabricación de prendas, caracterizadas porque se parte de telas de material celulósico correspondientes a la fórmula general

30



5



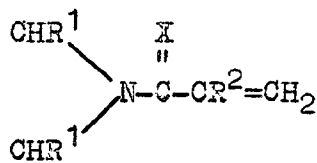
10

en que Cell es el residuo de una molécula de celulosa y R es un radical orgánico reactivo con celulosa bajo condiciones catalizadas, conteniendo dicho material un compuesto que cataliza la reacción entre R y los grupos hidroxilo de celulosa a temperaturas elevadas, siendo mantenido dicho material en condiciones por debajo de las cuales se produce reacción sustancial entre R y la celulosa.

15

38a.- Mejoras introducidas en la fabricación de prendas, caracterizadas porque se parte de telas del material celulósico del punto 29, en que R tiene la fórmula

20



25

en que R<sup>1</sup> está seleccionado entre hidrógeno, alcohol inferior y el residuo de un aldehído saturado sin saturar, R<sup>2</sup> está seleccionado entre hidrógeno y alcohol inferior;

30

294457

y X está seleccionado entre azufre y oxígeno.

5 39<sup>o</sup>.- Mejoras introducidas en la fabricación de prendas de acuerdo con el punto 29, caracterizadas porque dichas prendas tienen aplicadas a ellas una configuración plegada bajo condiciones en las que el grupo R es también hecho reaccionar con los grupos hidroxilo de la celulosa mediante un enlace eter, siendo de esta manera dichos pliegues sustancialmente permanentes a la subsiguiente exposición a condiciones de humedad.

10 40<sup>o</sup>.- Mejoras de acuerdo con el punto 39, según las cuales el material celulósico comprende tela de algodón.

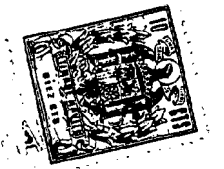
41<sup>o</sup>.- Mejoras de acuerdo con el punto 39, según las cuales el material celulósico comprende tela de rayón.

15 42<sup>o</sup>.- Mejoras introducidas en la fabricación de prendas que contienen fibras celulósicas, caracterizadas porque se hacen reaccionar dichas fibras bajo condiciones de curado de la resina textil con una solución acuosa que contiene acrilamida y formaldehído en una relación molar de al menos 1:2 aproximadamente y se impregnan dichas  
20 fibras celulósicas con un compuesto que cataliza la reacción posterior de dichas fibras celulósicas con los grupos hidroxilo de la celulosa bajo condiciones alcalinas a temperaturas elevadas.

25 43<sup>o</sup>.- Mejoras de acuerdo con el punto 42, según las cuales el compuesto comprende un catalizador de acción básica.

44<sup>o</sup>.- Mejoras de acuerdo con el punto 43, según las cuales el catalizador comprende un bicarbonato o carbonato de metal alcalino.

30 45<sup>o</sup>.- Mejoras de acuerdo con el punto 44, caracteri-



zadas porque dichas prendas se prensan después en caliente y se someten al vapor de agua durante un periodo de tiempo suficiente para efectuar la reacción adicional sustancial de dichas fibras con los componentes de la solución acuosa.

5

46ª.- Un procedimiento para producir nuevos materiales celulósicos.

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

La presente Memoria consta de cincuenta y seis hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

16 MAR 1964

P.A.

Alberto de Elizabeth  
Por Poder

MVG/.-

294457