

300331

PATENTE DE INVENCION

Le A 8141-Sp



## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para obtener revestimiento e impregnaciones en elementos textiles planos, especialmente - vellones de fibras y productos textiles tejidos".

*Solicitante:*

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

Es sabido que los polímeros y copolímeros formadores de fibras, de monómeros elefinicamente insaturados, pueden utilizarse para el tratamiento de elementos textiles planos.

5.

La expresión "tratamiento de elementos



300331

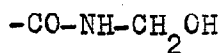
- textiles planos" comprende, por ejemplo, la impregnación o rociado de vellones o velos, con objeto de trabar y consolidar las fibras en un elemento textil no tejido y plano, la impregnación de géneros tejidos pa
5. ra mejorar su contextura o proporcionar un terminado resistente a los pliegues o arrugas, el revestimiento de elementos textiles planos y la consolidación de elementos textiles planos y revestidos, unos con otros o con otros elementos planos.
10. Las dispersiones o soluciones acuosas de copolímeros de esteres de ácido acrílico o metacrílico, los polímeros de butadieno, estireno y/o acrilonitrilo y polímeros de ester vinílico, por ejemplo, han comprobado su adaptabilidad para los usos antes citados.
15. Los polímeros especialmente utilizados para este fin, son los que contienen grupos reactivos tales como carboxilo o carbonamida, y sus ejemplos comprenden los copolímeros que contienen ácido metacrílico o acrílico, metacrilamida o acilamida.
20. Constituye práctica corriente el llevar a cabo el tratamiento de elementos textiles planos con polímeros del tipo citado, en combinación con condensados previos aminoplásticos, por ejemplo productos de condensación solubles termoendurecibles de formaldehído y aminas o amidas, tales como melamina, urea o derivados de ésta. Por este medio, a diferencia del empleo de los polímeros en general, es posible obtener una mejora en el tacto, la resistencia al lavado y otras propiedades de los textiles. Cuando se utilizan los polímeros, con grupos reactivos cuya reacción
- 25.
- 30.

300331<sup>27</sup>

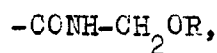


5. con los condensados aminoplásticos polifuncionales -  
dá por resultado la degradación, se obtienen resulta  
dos especialmente buenos, especialmente por lo que -  
se refiere a la resistencia a los disolventes orgáni  
cos en la limpieza química.

10. Recientemente los polímeros que contienen  
grupos "espontáneamente degradadores" se han conver  
tido en muy importantes para el tratamiento de ele -  
mentos textiles planos. Constituyen estos, grupos ta  
les como los grupos carbonamido-N-metilol (A), o -  
grupos éter carbonamido-N-metilólico (B)



(A)



(B)

15.

que reaccionan entre sí o con otros grupos reactivos  
del polímero, a temperatura relativamente elevada, -  
opcionalmente en presencia de catalizadores de actua  
ción acídica, de tal modo que el polímero se degrada  
20. y transforma en insoluble, interiormente o en la su  
perficie del elemento textil plano. Utilizando este  
polímero "espontáneamente degradados" es posible, en  
principio, suprimir la adición de otras sustancias  
de degradación, tal como precondensados aminoplásti  
25. cos. Se ha observado además que las propiedades de  
elementos textiles planos tratados con polímeros -  
"espontáneamente degradados", pueden mejorarse toda  
vía más si el empleo de polímeros espontáneamente de  
gradadores, se combina con el uso de condensados ami  
30. noplásticos adicionales, degradadores.

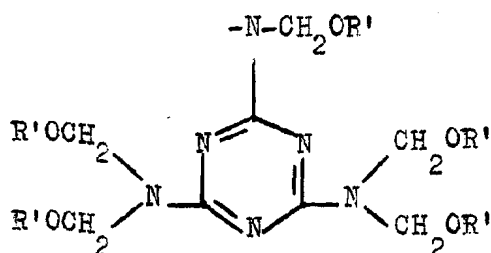




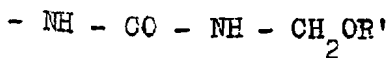
300331

un grupo de la fórmula  $-N-\underset{2}{CH_2}OR'$ , en el que R'e re-  
 presenta un grupo alquilo, ventajosamente con de 1  
 a 4 átomos de carbono, Son ejemplos de estos radica-  
 les X radicales de derivados de melamina o urea que  
 5. contengan como mínimo un grupo éter N-metilolalkíli-  
 co. Estos radicales X pueden estar representados por  
 ejemplo por las fórmulas

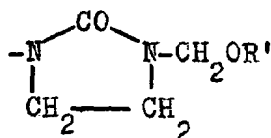
10.



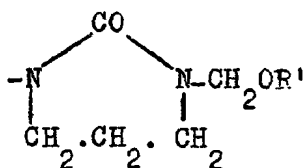
15.



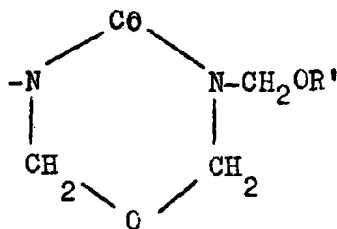
20.



25.



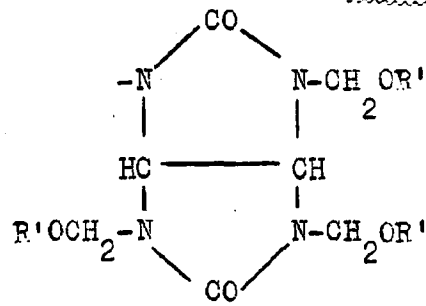
30.





30331

5.



En estas fórmulas, R' indica un grupo alquilo, preferentemente con 1 a 4 átomos de carbono.

10.

Los copolímeros adecuados para utilizarse de acuerdo con este invento, son copolímeros de

A) 0,5 a 20%, ventajosamente de 2 a 10%, de compuestos de la fórmula general I

B) 0, a 20%, ventajosamente de 1 a 10%, de compuestos

15.

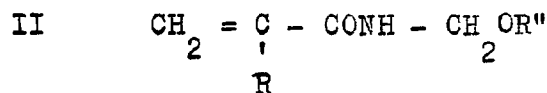
monocolefínicamente insaturados, con grupos carbonamida o hidroxilo, tales como acrilamida, metacrilamida,  $\beta$ -hidroxietil-acrilato o metacrilato,  $\beta$ -hidroxipropilacrilato o metacrilato, u otros esterés de ácido acrílico o metacrílico, -

20.

con alcoholes polihídricos.

C) 0, a 20%, ventajosamente de 0 a 10%, de compuestos de la fórmula general II

25.



en la que R. representa un átomo de hidrógeno o un grupo metilo y R'' representa un radical alquilo con 1 a 8, preferiblemente 1 a 4, átomos de carbono o un radical acilo o de un ácido carboxílico, tal como -

30.

303387 MA



ácido acético, ácido propiónico o ácido benzoico.

- D) 99,5 a 40%, con preferencia 99,5 a 60%, de monómeros polimerizables, monoclefinicamente insaturados que, al polimerizarse solos, proporcionan un polímero relativamente suave, flexible, tal como este-
5. res alquílicos de ácido acrílico con 1 a 12, ventajosamente 1 a 8, átomos de carbono en el radical alquilo; esterés alquílicos de ácido metacrílico con 8 a 12 átomos de carbono en el grupo alquilo,
10. olefinas alifáticas conjugadas con 4 a 6 átomos de carbono tales como 1,3-butadieno, isopreno o éteres vinil-alquílicos de 1 a 4 átomos de carbono que contengan grupos alquilo tales como éter vinílico, éter vinil N-butílico y éter vinil isobutílico.
15. co.
- Los monómeros adecuados del grupo e) incluyen, por ejemplo, compuestos "atomáticos" monovílicos de la serie bencénica, tales como estireno,  $\alpha$ -metilés tireno, estirenos nuclear-alquilados, tales como vinil tolueno, nitrilos-alifáticos,  $\alpha, \beta$ -olefínicamente insaturados, tales como acrilonitrilo y metacrilonitrilo, haluros vinílicos o de vinilideno, tales como cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, esterés alquílicos de ácido metacrílico con 1-4 átomos de
20. carbono en el grupo alquilo, ácidos alifáticos monocarboxílicos  $\alpha, \beta$ -olefínicamente insaturados tales como ácido acrílico, ácido metacrílico, esterés vinílicos con 2 a 3 átomos de carbono en el grupo éster, tales como acetato de vinilo y propionato de vinilo, así como ácido itacónico.
25. 30.



Los porcentajes indicados son ponderales relacionados con el peso del polímero completo.

- Los monómeros de la fórmula general I pueden prepararse de acuerdo con el proceso descrito en
5. la patente belga nº 619.260, por reacción de cantidades molares de los compuestos alcoximetilol correspondientes, tales como éter melamina hexametilólico, éter N,N-urea dimetilólico, acrilamida o metacrilamida, desdoblándose el alcohol.
  10. La elección de los monómeros depende de las propiedades del polímero y de las propiedades necesarias para el elemento plano después del tratamiento. Entre los monómeros de la fórmula general I los compuestos más adecuados son aquellos que contienen los
  15. grupos indicados de éter melamina metilol. La proporción de los monómeros de los grupos a) + b) + c) en el polímero completo es en conjunto ventajosamente no superior al 50 % en peso. Los monómeros con grupos carboxilo libres, tales como ácido acrílico, ácido metacrílico o ácido itacónico se utilizan ventajosamente
  20. en cantidades de hasta 30 % en peso, sobre la base del monómero completo. Además, pueden utilizarse simultáneamente monómeros con varios grupos vinilo no conjugados, tales como divinil benceno, en cantidades
  25. de hasta 5% en peso.
- Los polímeros se obtienen por procedimientos conocidos en principio, por ejemplo por polimerización en emulsión acuosa, en solución o suspensión, por polimerización en gránulos o precipitación.
30. Las dispersiones acuosas de copolímero ob-



300331

tenidas por polimerización en emulsión acuosa y soluciones polímeras obtenidas por polimerización en disolventes orgánicos, tienen importancia especial.

Las dispersiones acuosas de copolímero -

5. se obtienen copolimerizando los monómeros antes citados en dispersión acuosa, de modo en esencia conocido, a la vez que se utilizan emulsionadores. Para esto pueden utilizarse emulsificadores catión activos y anión activos, así como emulsificadores no-iónicos y combinaciones de los mismos.
- 10.

Los ejemplos de emulsificadores aniónicos adecuados, incluyen: ácidos grasos elevados, ácidos resina, ésteres de alcoholes grasos de ácido sulfúrico, sulfonatos alquílicos elevados y sulfonatos alquilarílicos, aceite de ricino sulfonado, sulfonatos oxialquílicos superiores, ácido sulfosuccínico, sales de productos de condensación de ácidos grasos con ácido oxialquil-carboxílico, ácido amino-alquil carboxílico, y las sales solubles en agua de productos de adición de óxido de etileno sulfonados.

- 15.
- 20.
- Los siguientes constituyen ejemplos de emulsificadores catiónicos: sales de alquilamina, arilamina, alquilarilamina o aminas de resinas y ácidos inorgánicos y sales de compuestos de amonio cuaternario.

- 25.
- Los emulsificadores no-iónicos adecuados, son los productos de reacción, conocidos en esencia, de óxido de etileno con alcoholes grasos de cadena larga, tales como alcoholes cetílico, laúrico, oleílico y octadecílico o fenoles, tales como fe
- 30.



300331

5. nol octílico o dodecílico; productos de reacción de más de 10 moléculas, ventajosamente 15 a 30 moléculas de óxido de etileno con una molécula de alcohol graso o fenol, son los que se utilizan en mayor grado.

La cantidad total de emulsificador puede llegar hasta 0,5-20 % en peso, calculada sobre la cantidad total de monómeros. Ventajosamente, es de 2 a 10%.

10. De acuerdo con un tipo especial de este invento, se utilizan exclusivamente emulsificadores o mezclas no iónicas de los mismos, con hasta 0,5 % en peso de emulsificadores catiónicos y/o aniónicos, sobre la base del polímero. Por este medio se obtienen "látices" especialmente estables. Si el polímero contiene simultáneamente grupos  $-\text{COOH}$ ,  $-\text{CONH}_2$ ,  $-\text{SO}_3\text{H}$  u otros, hidrófilos, los látices poseen un grado elevado de "reemulsificabilidad". "La reemulsificabilidad" significa que la película obtenida secando el latex copolímero a la temperatura ambiente y a un pH de alrededor de 7, puede redispersarse suavemente en agua después de un cierto tiempo.
- 15.
- 20.

Para la producción de polímeros de injerto, la copolimerización de los monómeros puede realizarse de modo conocido en esencia, en presencia de 3 a 50 % de polímeros o copolímeros de diolefinas conjugadas, tales como butadieno u otros polímeros previamente formados que contengan dobles enlaces olefínicos.

- 25.
30. La polimerización en medio acuoso se reali

30933127



- za desde luego con preferencia a temperaturas de hasta 80°C. y puede usarse desde luego. Cuando la polimerización se realiza en medio no acuoso, por ejemplo - en alcohol butílico o en mezclas de alcohol butílico e hidrocarburos aromáticos, las temperaturas de polimerización pueden ser relativamente elevadas, por ejemplo hasta 120°C.
- 5.

- El valor del pH a mantener durante la preparación de los copolímeros, puede fluctuar entre amplios límites, pero con preferencia es de 4 a 9 aunque cuando han de obtenerse látices reemulsionables, se ha visto la conveniencia de mantener un pH de 4 a 6. Después de terminar la polimerización, el pH de los látices se ajusta en general a valores de 6,4 a 9; esto mejora la estabilidad de los productos.
- 10.
- 15.

Los compuestos que regulan el peso molecular, tales como los mercaptanes alquílicos de cadena larga y el xantato de diisopropilo, pueden utilizarse simultáneamente en la polimerización.

- 20.
- Los catalizadores de polimerización pueden ser compuestos inorgánicos peroxidados tales como persulfato potásico o amónico, peróxido de hidrógeno o percarbonatos o compuestos peroxidados orgánicos tales como peróxidos de acilo, por ejemplo peróxido de benzoilo; "hidroperóxidos" alquílicos tales como hidroperóxido de t-butilo, hidroperóxido de cumeno e hidroperóxido de p-metano o peróxidos de dialkilo tales como peróxido de di-t-butilo. Los compuestos peroxidados inorgánicos u orgánicos, se utilizan ventajosamente en combinación con agentes re -
- 25.
- 30.



ductores, de un modo conocido en esencia. Los agentes reductores adecuados incluyen, por ejemplo, pirosulfito de sodio, sulfoxilato de sodio-formaldehído y trietamolamina.

5. La cantidad de catalizador a emplear, está comprendida entre límites relacionados corrientemente con las polimerizaciones de este tipo, o sea de 0,01 a 5 % en peso calculado con respecto a todos los monómeros introducidos.

10. La polimerización en emulsión puede realizarse disolviendo o emulsionando los monómeros en la solución de emulsificador. El catalizador se añade - luego a la temperatura precisa. Es también posible - añadir los monómeros continuamente o en porciones, se  
15. paradamente o en forma de mezcla, a una partida ya - polimerizada. Otro método consiste en emulsionar los monómeros en la solución de emulsificador, iniciando la polimerización en una parte solamente de la emulsión y añadiendo el resto de la emulsión en porciones  
20. o continuamente.

No es necesario utilizar durante la polimerización, una mezcla de monómeros de composición uniforme. La polimerización puede realizarse, por ejemplo, en dos o más etapas y en cada una de ellas ser -  
25. distinta la composición de monómeros.

Cuando los polímeros se obtienen por polimerización en solución, se emplean con preferencia disolventes orgánicos, por ejemplo acetato de metilo, alcohol etílico, alcohol propeílico, alcohol butílico, bengeno, tolueno, xileno o mezclas de dichos disolventes  
30.



300331

- en cantidades de 1 a 4 partes en peso para 1 parte en peso de monómero. La polimerización en estas circunstancias se realiza de modo más expedito que en el punto de ebullición del disolvente de que se trate. En general pueden permitirse temperaturas algo más elevadas en los casos en que la polimerización en medio acuoso se realice a temperaturas por ejemplo superiores a 120°C. Los compuestos orgánicos peroxidados, tales como peróxido de benzoilo, peróxido de caprilo, peróxido de lauroilo, hidroperóxido de cumeno e hidroperoxido de butilo, en cantidades de 0,1 a 5 % sobre la base del peso de los monómeros, pueden utilizarse como catalizadores de polimerización. Pueden emplearse a la vez sustancias para regular el peso molecular, en cantidades corrientes de 0,1 a 5 %.
5. general pueden permitirse temperaturas algo más elevadas en los casos en que la polimerización en medio acuoso se realice a temperaturas por ejemplo superiores a 120°C. Los compuestos orgánicos peroxidados, tales como peróxido de benzoilo, peróxido de caprilo, peróxido de lauroilo, hidroperóxido de cumeno e hidroperoxido de butilo, en cantidades de 0,1 a 5 % sobre la base del peso de los monómeros, pueden utilizarse como catalizadores de polimerización. Pueden emplearse a la vez sustancias para regular el peso molecular, en cantidades corrientes de 0,1 a 5 %.
10. peróxido de lauroilo, hidroperóxido de cumeno e hidroperoxido de butilo, en cantidades de 0,1 a 5 % sobre la base del peso de los monómeros, pueden utilizarse como catalizadores de polimerización. Pueden emplearse a la vez sustancias para regular el peso molecular, en cantidades corrientes de 0,1 a 5 %.
15. lar, en cantidades corrientes de 0,1 a 5 %.

- El contenido de sólidos de las dispersiones de copolímero a aplicar de acuerdo con este invento, está comprendido entre 10 y 60 % en peso, con preferencia entre 25 y 50 % en peso. Evidentemente la dispersión de copolímeros puede dividirse hasta cualquier contenido de sólidos deseado.
20. persión de copolímeros puede dividirse hasta cualquier contenido de sólidos deseado.

- Las dispersiones o soluciones de polímeros, descritas anteriormente, se utilizan de acuerdo con este invento para el tratamiento de elementos textiles planos y proporcionan ventajas sorprendentes y evitan los inconvenientes de los procedimientos antes conocidos.
25. les planos y proporcionan ventajas sorprendentes y evitan los inconvenientes de los procedimientos antes conocidos.

- Entre los procedimientos para el tratamiento de elementos textiles planos, figura la producción de vellones o velos de fibras trabadas, que tiene importancia.
30. vellones o velos de fibras trabadas, que tiene importancia.



300331

tancia especial.

- Al preparar materiales análogos a los vellones o velos, constituye práctica corriente el que las sustancias de trabazón o fijación existen en forma dispersada, se utilicen conjuntamente con condensador previos de formaldehído u otros materiales degradables, dado que el uso de estos aditivos dá por resultado una mejora en la elasticidad de los vellones o velos impregnados y condensados, y, además, en su estabilidad con respecto a los disolventes tales como se utilizan en los procesos de limpieza química. Estas adiciones de condensados previos, utilizadas en combinación con suministradores de ácidos como catalizadores, reducen apreciablemente la estabilidad en almacenamiento de las soluciones de impregnación que se utilicen. Una mezcla de un aglomerador de dispersión provisto de grupos reactivos de tipo convencional y precondensado de resina de formaldehído, puede, en realidad, conservarse solamente durante pocas semanas aún con la adición de catalizador. El producto descrito de acuerdo con este invento, que puede utilizarse sin adición de condensados de resina de formaldehído, es, por el contrario mucho más estable el almacenamiento. El contenido de sólidos de aglomeración de la solución activa, puede ajustarse por sencilla dilución con agua a la concentración precisa, lo cual simplifica en alto grado el procedimiento de trabajo.
5. dispersada, se utilicen conjuntamente con condensador previos de formaldehído u otros materiales degradables, dado que el uso de estos aditivos dá por resultado una mejora en la elasticidad de los vellones o velos impregnados y condensados, y, además, en su estabilidad con respecto a los disolventes tales como se utilizan en los procesos de limpieza química. Estas adiciones de condensados previos, utilizadas en combinación con suministradores de ácidos como catalizadores, reducen apreciablemente la estabilidad en almacenamiento de las soluciones de impregnación que se utilicen. Una mezcla de un aglomerador de dispersión provisto de grupos reactivos de tipo convencional y precondensado de resina de formaldehído, puede, en realidad, conservarse solamente durante pocas semanas aún con la adición de catalizador. El producto descrito de acuerdo con este invento, que puede utilizarse sin adición de condensados de resina de formaldehído, es, por el contrario mucho más estable el almacenamiento. El contenido de sólidos de aglomeración de la solución activa, puede ajustarse por sencilla dilución con agua a la concentración precisa, lo cual simplifica en alto grado el procedimiento de trabajo.
  10. estabilidad con respecto a los disolventes tales como se utilizan en los procesos de limpieza química. Estas adiciones de condensados previos, utilizadas en combinación con suministradores de ácidos como catalizadores, reducen apreciablemente la estabilidad en almacenamiento de las soluciones de impregnación que se utilicen. Una mezcla de un aglomerador de dispersión provisto de grupos reactivos de tipo convencional y precondensado de resina de formaldehído, puede, en realidad, conservarse solamente durante pocas semanas aún con la adición de catalizador. El producto descrito de acuerdo con este invento, que puede utilizarse sin adición de condensados de resina de formaldehído, es, por el contrario mucho más estable el almacenamiento. El contenido de sólidos de aglomeración de la solución activa, puede ajustarse por sencilla dilución con agua a la concentración precisa, lo cual simplifica en alto grado el procedimiento de trabajo.
  15. almacenamiento de las soluciones de impregnación que se utilicen. Una mezcla de un aglomerador de dispersión provisto de grupos reactivos de tipo convencional y precondensado de resina de formaldehído, puede, en realidad, conservarse solamente durante pocas semanas aún con la adición de catalizador. El producto descrito de acuerdo con este invento, que puede utilizarse sin adición de condensados de resina de formaldehído, es, por el contrario mucho más estable el almacenamiento. El contenido de sólidos de aglomeración de la solución activa, puede ajustarse por sencilla dilución con agua a la concentración precisa, lo cual simplifica en alto grado el procedimiento de trabajo.
  20. aún con la adición de catalizador. El producto descrito de acuerdo con este invento, que puede utilizarse sin adición de condensados de resina de formaldehído, es, por el contrario mucho más estable el almacenamiento. El contenido de sólidos de aglomeración de la solución activa, puede ajustarse por sencilla dilución con agua a la concentración precisa, lo cual simplifica en alto grado el procedimiento de trabajo.
  25. solución activa, puede ajustarse por sencilla dilución con agua a la concentración precisa, lo cual simplifica en alto grado el procedimiento de trabajo.

Además, es ventajoso que, cuando se utilice el nuevo aglomerante, de acuerdo con este invento, no sea posible que una proporción incontrolable de

30. no sea posible que una proporción incontrolable de

30331

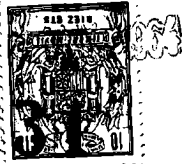
2



precondensado reaccione con el mismo o con las fibras, sin reaccionar con el aglomerante, como resulta posible con una mezcla física de aglomerantes de composición convencional y de precondensados de resina de formaldehído.

5. Los ensayos para la resistencia de los materiales tipo vellón o velo, al lavado sencillo o repetido, de acuerdo con la Norma DIN 54.015, a la extracción con percloroetileno, y la medición del ángulo de recuperación de arrugas o pliegues, muestran que los grupos reactivos de los polímeros utilizados de acuerdo con este invento, al compararse con los grupos reactivos de los polímeros conocidos, experimentan reacciones de degradación a temperaturas relativamente bajas. La dependencia de los valores con respecto a las temperaturas, es por tanto de menor significación. Mientras resulta generalmente necesario llevar a cabo la condensación durante 5 minutos a 140-150°C. con las dispersiones de aglomerante reactivo corrientes, si se desea obtener una resistencia adecuada a detergentes y disolventes, las temperaturas de 80 a 120°C. son generalmente suficientes para la reacción, cuando se utilizan los aglomeradores descritos, de acuerdo con este invento. Para fines prácticos, esto representa una producción segura, dado que las fluctuaciones en la temperatura de trabajo son de poca importancia. Las temperaturas inferiores de aplicación, dan también origen a la obtención de ahorros en el coste. Se ha comprobado además que los aglomeradores -
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

3003



de acuerdo con este invento dan lugar a productos de una mayor potencia de recuperación de las arrugas o pliegues, que los aglomeradores con grupos reactivos convencionales utilizados en combinación con precondensados de resina de formaldehído. Con respecto a

5. la capacidad de extracción con percloroetileno, se ha comprobado que los elementos planos, obtenidos con los aglomeradores actuales son superiores a los que se obtienen con una combinación con aglomeradores conocidos y precondensados de resina de formaldehído.

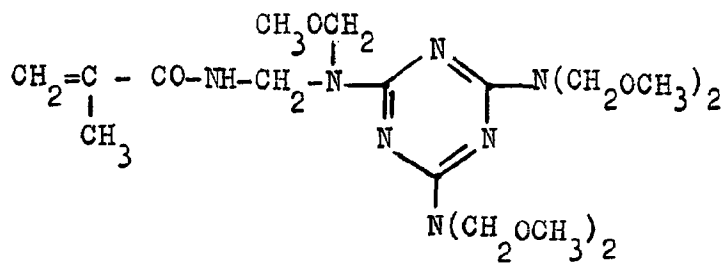
10. do.

Las dispersiones acuosas de copolímeros que se habían obtenido de acuerdo con las especificaciones siguientes, se utilizaron para los procesos descritos en los ejemplos 1 a 4. siguientes, en los que las cifras indicadas representan partes ponderales

15.

	1.	2.	3.
acrilato de etilo	93	98	93
20. acrilamida	2	2	2
eter metanilamida-N-			
metilol-metílico	-	-	5
compuesto Ia <sup>4)</sup>	5	-	-

25. 4) Ia



30.

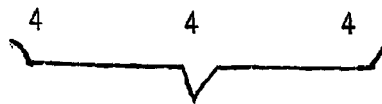


300331

- 1. 150
- 2. 150
- 3. 150

agua  
 sulfonato sodio alki  
 lo  
 (12-16 átomos carbono)

5.



porosulfito sódico 0.3  
 persulfato potásico 0.3  
 temperatura 45 - 55°C.  
 concentración 38%

10. EJEMPLO 1.

Un latex que se había obtenido de acuerdo con la especificación anterior 1, se utilizó en un material tipo fibra constituido por fibras de celulosa corpoamoniaca de 3,75 denier y de una longitud de las mismas de 60 mm. La solidificación se realizó por impregnación completa en el fúlard. Se utilizaron 450 g/l de una dispersión de aglomerante con un contenido de 37 % de solidos. El material se secó a 70°C. y luego se calentó a 80°C. El contenido de solido del vellón o velo impregnado era en estas condiciones, de 25 %. aproximadamente.

Después de terminar el vellón o velo la estabilidad dimensional después de 5 operaciones de lavado, la cantidad de substancias susceptible de extraerse con tetracloroetileno, y la recuperación del angulo de arruga o pliegue, se sometieron a determinación.

El vellón o velo acusaba una estabilidad dimensional muy buena de 100 x 101 %. (longitud x anchura) después de 5 lavados de acuerdo con la norma



27 3 0331

DIN 54,015, con

- 2 g./l. de jabón de Marsella
- 2 g./l. de sosa
- 0.8 g./l. de borax
- 5. 0.15 g./l. de cloruro de sodio y
- 0.2 g./l. de silicato sódico

Empezando con una reacción, en la solución de bañado, de 1:50 a 60°C. y elevando a la ebullición durante 10 minutos y sosteniendo el lavado durante 20 minutos a la temperatura de ebullición y enjuagando luego por completo.

La pérdida de peso se determinó después de la extracción del elemento de ensayo con tetracloroetileno durante una hora en un aparato Soxhlet.

15. Se comprobó una pérdida de 3,4 %. Cuando el material tipo vellón, terminado, se calentó luego durante 5 minutos a 150°C. se obtuvo una muestra que tenía una pérdida de peso de 2,1 % al someterse al mismo proceso de extracción.

20. El ángulo de recuperación de arrugas o pliegues de los materiales tipo vellón terminados, se estableció de acuerdo con la norma DIN 53,890, midiendo dicha recuperación después de cargar durante 15 minutos, al cabo de un minuto y 30 minutos.

25. Dado que la recuperación con respecto a las arrugas o pliegues después de 1 minuto es la especialmente importante para la llamada elasticidad de rechazo, es ésta la única que se indica a continuación. Un minuto después de la relajación de la carga sobre las muestras terminadas, se obtuvieron ángulos de

30.

300331



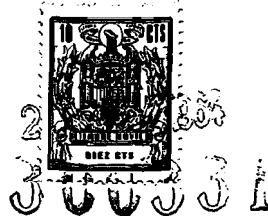
- arruga o pliegue de 108° para la dirección longitudinal y de 112° para la dirección transversal. Recalentando la muestra de vellón durante 5 minutos a 150°C, en ángulo de arruga o pliegue aumentó hasta 134° para la dirección longitudinal y 120° para la dirección transversal.
- 5.

EJEMPLO 2.

- Un vellón o velo de poliamida de nylon 6, de denier 3,3 y longitud de 60 mm. se impregnó del modo descrito en el ejemplo 1 y también en este caso el contenido de sólidos del vellón impregnado y secado era de 25%. Después de secar el vellón, se calentó durante 5 minutos a 120°C. y luego se midieron, como se describe en el Ejemplo 1. los valores de extracción y ángulos de arruga o pliegue se obtuvo un valor de extracción de 5,5 %. en la extracción con tetracloroetileno. Por caldeo posterior durante 5 minutos a 150°C., el residuo de extracción pudo reducirse a 2,9 %.
- 10.
- 15.

- Los ángulos de arruga o pliegue después de un periodo de relajación de 1 minuto fueron 158° en la dirección longitudinal y 147° en la dirección transversal. El ulterior caldeo a 150°C. durante 5 minutos, proporcionó una mejora a 160° en la dirección longitudinal y 173° en la dirección transversal.
- 20.
- 25.

La estabilidad dimensional del género tejido, después de 5 operaciones de lavado de acuerdo con la norma DIN 54.015, es también muy buena, con valores de 100 x 101 % (longitud x anchura).



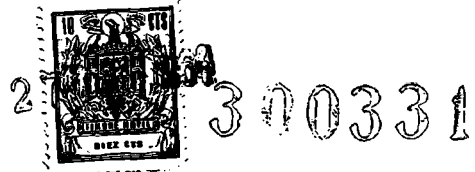
EJEMPLO 3.

Como comparación con los Ejemplos 1 y 2, se terminaron un vellón de fibras de celulosa cuproamoniaca y un velo de poliamida de nylon 6, con un aglomerante sobre la base de la especificación 3 anterior. La solución de aglomerante contenía 450 g/l de una dispersión de aglomerante al 37 %. Después de secarse los vellones o velos, se calentaron durante 5 minutos a 120°C. Los valores de extracción y los ángulos de arruga o pliegue obtenidos se indican en la tabla siguiente:

	<u>Fibra de celu- losa Vellón</u>	<u>Poliamida Vellón</u>
Valores de extracción	8.7 %	22.7 %
15. Recalentado durante 5 minutos a 150°C.	3.5 %	11.0 %
ángulo de arruga o pliegue	87/75	103/114
(en grados de arco)	(Dirección longitudinal/ transversal)	
20.		

EJEMPLO 4.

Para comparación con el Ejemplo 1, se utilizó una dispersión aglomerante sin grupos reactivos, de acuerdo con la especificación 2, anterior, en un vellón de fibras de celulosa cuproamoniaca. La dispersión con un contenido de sólidos de 37 %, se empleó en una cantidad de 450 g/l. La aplicación de sustancias sólidas al vellón impregnado y secado fue de 25 % aproximadamente. Después de secarlo, el vellón se calentó a 80°C. y luego a 150°C., durante 5



minutos. Estas dos condiciones de condensación, sin embargo, no dieron lugar a diferencias en los valores de extracción o ángulos de arrugado, de tal modo que en cada caso es suficiente la información relativa a un valor único.

5.

Después de la extracción durante 1 hora, como se describe en el Ejemplo 1, se separó alrededor del 12 % de sustancia sólida.

El ángulo de arrugado después de 1 minuto, fué de 60/77 grados (direcciones longitudinal/transversal).

10.

Otros polímeros excelentemente adecuados para su empleo de acuerdo con este invento se indican en los ejemplos siguientes por las especificaciones de producción correspondientes

15.

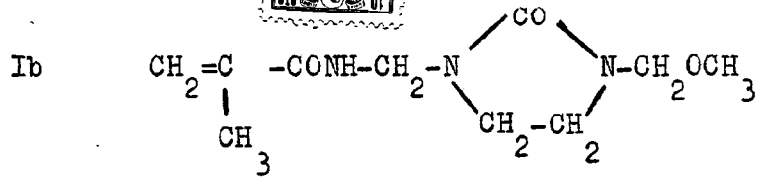
EJEMPLOS 5 - 7

		Partes en peso:		
		5.	6.	7.
	acrilato de etilo	93	93	93
20.	acrilamida	2	2	2
	compuesto Ib <sup>1)</sup>	5	-	-
	Ic <sup>1)</sup>	-	5	-
	Id <sup>1)</sup>	-	-	5
}-----}				
25.	agua		180	
	emulsionador		5	
	pirosulfito sódico		0.3	
	persulfato potásico		0.3	
	temperatura		45 - 55°C.	
30.	_____			

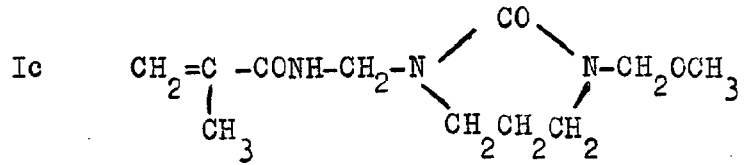


300331

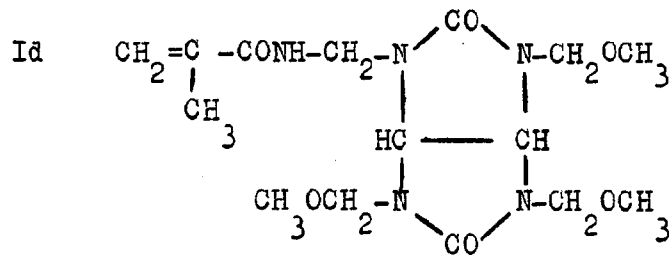
1)



5.



10.



15.

2) Producto de reacción de 1 mol. de alcohol estea-  
rílico con 20 moles de óxido de etileno.

EJEMPLOS 8 - 15.

	Partes en peso:							
	8.	9.	10.	11.	12.	13.	14.	15
acrilato de etilo	-	-	-	-	-	-	31	-
20. acrilato de buti-								
lo.	93	80	65	71	70	50	41	61
acrilonitrilo	-	15	30	20	-	-	-	-
estireno	-	-	-	-	20	-	-	-
acetato de vinilo	-	-	-	-	-	47	-	-
25. metacrilato de								
metilo	-	-	-	-	-	-	20	-
cloruro de vini-								
lideno	-	-	-	-	-	-	-	30
acrilamida	2	-	2	-	5	-	3	3
30. acido acrílico	-	-	-	4	-	-	-	1



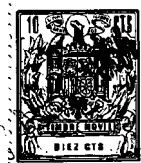
300331

	compuesto Ia	5	5	5	5	5	3	5	5
	agua	150	150	150	150	150	180	150	150
	sulfonato de sodio-alkilo	-	0.5	-	-	-	-	0.5	-
5.	sulfato de sodio laurilo	-	-	-	-	-	3	-	1
	producto de reacción de 1 mol de alcohol estearílico + 20 moles de óxido de etileno	5	4	5	5	5	-	4	3
15.	persulfato potásico	0.3	0.5	0.4	0.4	0.4	0.5	0.4	0.4
	pirosulfito sódico	-	-	0.4	0.4	0.4	-	0.4	0.4
	trietanolamina	0.3	-	-	-	-	-	-	-
20.	temperatura °C.	25	75	50	50	50	70	50	40
	concentración %	37.5	38	38	38	37.6	34.5	37.7	38

EJEMPLO 16.

25.		Partes en peso:
	butadieno	61
	acrilonitrilo	27
	acrilamida	3
	ácido metacrílico	4
30.	compuesto Ia	5

300331



	agua	150
	sulfonato de sódio- alkilo	5
5.	hidroperóxido de cumeno	0.3
	sulfoxilato de sodio	
	formaldehido	0.2
	temperatura	25 - 30°C.
	conversión	80 %
10.	concentración	32 %

EJEMPLO 17.

Partes en peso:

	acrilato de butilo	82
	latex de polibuta- dieno (50 %)	20
15.	acrilamida	3
	compuesto Ia	5
	agua	150
	sulfonato de sodio alkilo (C <sub>12</sub> - 16)	0.3
20.	emulsionado de 1 mol de alcohol oleílico y 15 moles de óxido de	
25.	etileno	5
	pirosulfito sódico	0.3
	persulfato potásico	0.3
	temperatura	50°C.
	concentración	38 %

30.



3 3 3 3 1

EJEMPLO 18.

Partes en peso:

	acrilato de	
	etilo	75
5.	ácido metacrílico	20
	compuesto Ia	5
	agua	200
	sulfato de sodio-	
	laurilo	3
10.	pirosulfito sódico	0.2
	persulfato potá -	
	sico	0.2
	temperatura	50°C.
	concentración	
15.	final	32 %

EJEMPLO 19.

Partes en peso:

	acrilato isoocílico	
	(acrilato 2-etil-	
20.	hexilo)	95
	compuesto Ia	5
	agua	200
	sulfato de sodio-	
	laurilo	3
25.	persulfato potá -	
	sico	0.3
	trietanolamina	0.3
	temperatura	45°C.
	concentración	32 %

30.



EJEMPLO 20.

3 0 0 0 3 1 2

Se obtienen una solución de polimerización de acuerdo con la especificación siguiente:

	Partes en peso:
5.	acrilato de butilo 50
	estireno 40
	acrilamida 5
	compuesto Ia 5
	n-butanol 50
10.	xileno 50
	hidroperoxido de cumeno 1.0
	mercaptan t-dodecilico 1.5
15.	temperatura 110 - 115°C.
	concentración 48 %

Todas las partes o porcentajes en esta Memoria son ponderales salvo indicación en contrario.

20.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 29 de mayo de 1963 bajo el nº F 39.969 IVc/8k acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios

25.

30.

300 331

- 27 -



5. Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que solicita patente de invención por 20 años, en España sobre: "Procedimiento para obtener revestimientos e impregnaciones en elementos textiles planos, especialmente vellones de fibras y productos textiles tejidos", caracterizandose por lo siguiente:

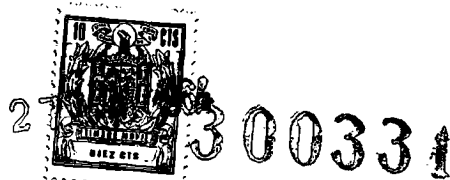
10. 1ª.- Procedimiento para obtener revestimientos e impregnaciones en elementos textiles planos, especialmente vellones de fibras y productos textiles tejidos, caracterizado porque comprende el impregnar, rociar o revestir dicho material textil plano con una dispersión acuosa de un copolímero espontaneamente degradado de un compuesto olefinicamente insaturado, que  
15. contenga de 0,5 a 20% en peso de un monomero de fórmula I



20. en la que R. representa un elemento elegido del grupo constituido por un átomo de hidrogeno y un grupo metilo; X representa un radical organico ligado por medio de nitrógeno y que contenga por lo menos un grupo de la fórmula  $-\text{N}-\text{CH}_2\text{CR}'$ , en la que R' representa un grupo alquilo ventajosamente con 1 a 4 - atomos de carbono.

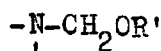
25. 2ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª caracterizado porque comprende la calefacción posterior del elemento textil plano revestido, a temperatura comprendidas entre 80 y 120°C.

30. 3ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado por usarse copolímeros derivados

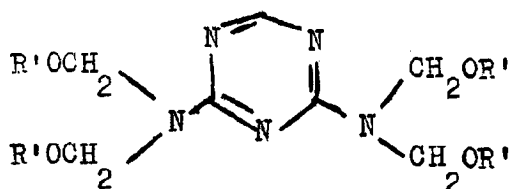


de monómeros, que son compuestos de la fórmula general I en la que X representa el radical de un derivado de urea que contenga por lo menos un grupo éter - N-metilol alquílico.

- 5. 4<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación la caracterizado por usarse copolímeros derivados de monómeros que son compuestos de la fórmula general I, en la que X representa un radical de la fórmula



10.



- 15. 5<sup>a</sup>.- Procedimiento según reivindicación - 2<sup>a</sup>, caracterizado por usarse copolímeros que contienen incorporado por polimerización, (a) 0,5 a 40 % en peso de un monómero de fórmula general I

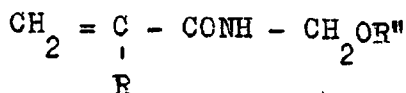


20.

en la que R representa un elemento elegido del grupo constituido por hidrógeno y un grupo metilo; X representa un radical orgánico unido por medio de N y que contiene como mínimo un grupo de la fórmula  $-\overset{|}{\text{N}}-\text{CH}_2\text{OR}'$  en la que R' representa un grupo alquilo; (b) 0 a 20% en peso de un compuesto polimerizable, monocolefinicamente insaturado que contenga un radical elegido del grupo constituido por una carbonamida y un grupo hidróxilo; (c) 0 a 20 % en peso de un compuesto de fórmula II

30.

300331 27



- en la que R. representa un elemento elegido del grupo constituido por hidrógeno y un grupo metilo; R'' representa un elemento elegido del grupo constituido por un radical alquilico con 1 a 8 átomos de carbono y un radical acilico de un ácido carboxilico; (d) 99,5 a 40 % en peso de, como mínimo, un compuesto - vinílico polimerizable, que, al polimerizarse por si mismo produzca un polimero relativamente suave y flexible; (e) 0 a 50 % en peso de por lo menos un - compuesto vinilico polimerizable que, al polimerizarse por si mismo produzca un polímero relativamente duro y rígido; los porcentajes indicados representan ponderales, en relación con el peso de todos los monómeros.

- 6ª.- Procedimiento según reivindicación 2ª caracterizado por usarse copolímeros que contienen - incorporado por polimerización: (a) 0,5 a 20 % en peso de un monómero de fórmula general I



- en la que R representa un elemento elegido del grupo constituido por hidrógeno y un grupo metilico, X representa un radical orgánico acoplado por medios de N, y que contiene por lo menos un grupo de la fórmula  $-\overset{\substack{| \\ \text{N}}}{\text{N}}-\text{CH}_2\text{OR}'$ , en la que R' representa un grupo alquilo; (b) 1 a 10 % en peso de un compuesto polimerizable, monoolefinicamente insaturado, que contenga un radical elegido del grupo constituido por una carbo-

300331

- 30 -



namida y un grupo hidroxilo (c) 0 a 10 % en peso de un compuesto de fórmula general II



5.

en la que R representa un elemento elegido del grupo constituido por un hidrógeno y un grupo metilo, R'' - representa un elemento elegido del grupo constituido por un radical alquilico con 1 a 4 átomos de carbono, y un radical acílico de un ácido carboxílico; (d)

10.

99,5 a 60 % un peso de, como mínimo, un compuesto vinílico polimerizable, que al polimerizarse por si mismo produzca un polimero relativamente suave y flexible. (e) 0 a 40 % en peso de, por lo menos, un compuesto vinílico polimerizable que, al polimerizarse por si mismo produzca un polimero relativamente duro y rígido; los porcentajes indicados representan porcentajes ponderales, con respecto al peso de todos los monómeros.

15.

20.

7<sup>a</sup>.- Procedimiento para obtener revestimientos e impregnaciones en elementos textiles planos, especialmente vellones de fibras y productos textiles tejidos; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

25.

Esta memoria consta de TREINTA HOJAS, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

27 MAY. 1934

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODA  
E. P.