

13 AGO 1963



PATENTE DE INVENCION

303452

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

„PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE TEXTILES CON AMINO-
PLASTOS”

Solicitante: WEST POINT MANUFACTURING COMPANY,
una sociedad constituida de acuerdo con
las Leyes del Estado de Georgia,
establecida en
WEST POINT, Georgia,
Estados Unidos de América.

Prioridad: Solicitud de Patente norteamericana
Ser. Nº 301.952, depositada en
14 de Agosto de 1963.



La presente invención se refiere a un tratamiento químico para textiles y, más particularmente, a un tratamiento con empleo de aminoplastos.

5 Se sabe desde hace gran número de años que los textiles, particularmente los textiles celulósicos, pueden ser tratados con los productos de reacción de la urea, melamina y materiales similares con aldehidos, particularmente formaldehido, (conocidos como aminoplastos) para aumentar la resistencia al arrugado, para estabilización dimensional en su lavado, para mejorar la resistencia al 10 ataque de microorganismos que puede ser causa de descomposición, para efectos superficiales o de novedad y para otros fines. Los aminoplastos son aplicados a los textiles y después curados, proceso éste que provoca la interacción entre la celulosa y el aminoplasto o la interacción entre las moléculas aminoplásticas o ambas. 15 El modo de reacción depende de la naturaleza particular del aminoplasto que se esté empleando y de las condiciones del curado. El curado puede ser efectuado de varios 20 modos. El procedimiento más generalizado consiste en efectuar el curado a temperatura alta, v.gr., 148°C y aún más, en presencia de sustancias acídicas para catálisis. En el caso especial de los aminoplastos urea-formaldehido, los textiles impregnados son algunas veces 25 meramente secados en presencia de una sal de amoníaco. El curado debe efectuarse manteniendo extendida la tela tratada, v.gr., treinta días o más. Otro método de curado de los aminoplastos es en estado húmedo, ya sea a tempera-

303452



tura ambiente por largos períodos o a temperaturas moderadamente elevadas.

La mayor parte de los textiles tratados mediante procedimientos actuales son curados a temperaturas altas.

5 La mayoría de los aminoplastos han requerido curados a altas temperaturas. Además, la velocidad de la operación es frecuentemente grande, requiriendo períodos cortos de curado y control más preciso de las propiedades de los textiles tratados obtenidos. Pero algunas desventaja
10 jas lleva también consigo este tipo de curado. De importancia primordial es la pérdida de las propiedades de resistencia física, incluyendo resistencia a la tensión, resistencia al rasgado y resistencia a la abrasión. Las propiedades estéticas tales como flexibilidad y suavidad
15 de la tela resultan también afectadas por lo general, aún cuando éstas pueden ser recuperadas, por lo menos en parte, por la aplicación de suavizadores y otros agentes.

El curado por almacenamiento durante largo tiempo
20 es confinado generalmente a determinados acabados de grado inferior. La resistencia y otras propiedades sufren del mismo modo que se observa en el curado a temperaturas altas y, además, las arrugas o dobleces en la tela así curada se fijan generalmente en la misma.

25 El curado humedo, como se expone por Rupertí en la Patente de los Estados Unidos 2.763.574, ha sido empleado principalmente para la fijación de materiales poliméricos de melamina en y sobre textiles celulósicos.

303452



Este método requiere vaporizar los textiles impregnados por un tiempo mínimo de ocho minutos para tejidos ligeros en el caso de un proceso comercialmente usado, y más tiempo para tejidos más pesados. De manera más generalizada, el curado es llevado a cabo en un proceso de bacheo. 5 Una tela, por ejemplo, es enrollada en rollos que deben ser mantenidos en un estado húmedo por uno o más días. Es necesario proveer medios para evitar que la tela se seque, circundando por ejemplo los rollos de tela con 10 una barrera de humedad. El secado de la tela antes del curado húmedo elevará la posibilidad de que se produzca curado seco. Un proceso contínuo es posible para los tratamientos comercialmente realizables si se emplea equipo especial para permitir el mantenimiento de vaporización uniforme de la tela por largos períodos de 15 tiempo o si la producción de un equipo vaporizante corriente es reducida en extremo. Esta última manera de proceder no es económicamente factible dado que la producción debe ser generalmente reducida por un factor de cuando menos diez o más (v.gr. en un vaporizador de 20 tinte, en donde una permanencia normal es de treinta segundos para una tela de peso medio, el aumentar la permanencia a diez minutos reduce el rendimiento del vaporizador por un factor de veinte). El tratamiento 25 contínuo a alta velocidad de la tela por los métodos existentes de curado húmedo, por lo tanto, no es generalmente posible. Llevado a cabo apropiadamente, este tipo de curado húmedo no perjudica las propiedades de



resistencia física en el grado que lo hace el curado seco, aun cuando un cierto atiesado de las telas es generalmente observado.

La presente invención vence las diversas dificultades enumeradas arriba y tiene como objeto un proceso de curado que no requiere el prolongado curado húmedo o el curado seco a altas temperaturas y que puede ser llevado a cabo en un equipo convencional en un operación continua, a alta velocidad. Llevado a cabo apropiadamente, no se produce pérdida en las propiedades de resistencia o atiesado de la tela, como se observa en los procedimientos de curado seco arriba enumerados. El textil tratado es resistente al encogimiento, resistente a la putrefacción y tiende a resistir al arrugado. Estos y otros objetivos son logrados mediante el uso de un agente de curado o catalizador que contiene una combinación sinérgica de componentes críticos, a saber, un ácido y una sal ácida. El aminoplasto es aplicado al textil en solución acuosa o dispersión y el catalizador es introducido ya sea con la dispersión o, totalmente o en parte, después del aminoplasto. El textil impregnado es calentado, por ejemplo, con vapor, mientras está húmedo, y después puede ser lavado y secado. Alternativamente, el curado puede ser obtenido secando meramente a temperatura moderadamente elevada, v.gr., 121°C o menor, teniéndose cuidado de evitar que el textil sea calentado excesivamente. De manera sorprendente, se ha encontrado que los catalizadores altamente activos aceleran el

13 AGO 1964

curado de los aminoplastos vaporizándolos o secándolos a temperaturas elevadas, pero que no interfieren con la estabilidad de las soluciones o dispersiones de aminoplastos a temperatura ambiente y a temperaturas ligeramente elevadas a un grado mayor que los sistemas catalizadores empleados actualmente en los procedimientos de curado húmedo.

Los aminoplastos de la presente invención incluyen productos de reacción de bases nitrogenosas con aldehidos ya sean solubles al agua o dispersables en agua. Bases nitrogenosas típicas son la melamina, guanaminas y otras triazinas, urea, etileno urea, urea de propileno, tiourea, guanidina, biuret, diciandiamida, uronas y diversos derivados de los mismos, así como iminas cíclicas tales como imina de etileno e imina de propileno. El aldehido es seleccionado de aquel grupo que forme productos de condensación con bases nitrogenosas solubles en agua o dispersables en ella, pero el formaldehido es el aldehido preferido. Los aminoplastos pueden ser eterificados o parcialmente eterificados con metilo, etilo o alcoholes más altos. Pueden usarse mezclas de aminoplastos. Las combinaciones de aminoplastos con diversos modificadores tales como repelentes al agua, retardantes de fuego, modificadores del tacto, suavizadores, tintes, etc., pueden ser usados siempre que no produzcan interferencias en las reacciones de los aminoplastos. El aminoplasto puede ser capaz de reaccionar para formar unidades repetidas y puede ser reactivo con otras sustancias que

303452



contengan grupos de hidroxilo, nitrógeno, tio u oxirano. Se ha comprobado que los compuestos que contienen estos grupos pueden ejercer un efecto sinérgico secundario. Así, por ejemplo, se ha comprobado que los triglicéridos epoxidizados causan una fijación apreciablemente mayor de aminoplasto en el substrato fibroso.

Los agentes de curado contienen un componente ácido y un componente salino. El componente ácido puede estar constituido por uno o varios ácidos mono-, di- o polibásicos, orgánicos o minerales, los cuales, para el ácido primario no son más débilmente ácidos que el ácido acético o, especificado de otra manera, el que tenga una constante de disociación no menor de 10^{-6} a temperatura ambiente. Los ácidos convenientes incluyen ácidos fórmicos, sulfámicos, glicólicos, oxálicos, cítricos, diglicólicos, tartáricos, sulfurosos y ortofosfóricos. Estos ácidos son preferidos por su bajo coste, fácil asequibilidad, facilidad de manejo, y similares, pero otros ácidos análogos pueden ser utilizados. El ácido fórmico es particularmente adecuado.

El componente salino es una sal de amoníaco, amina o metálica de un ácido orgánico o inorgánico que presenta una reacción ácida en un medio acuoso a temperaturas del ambiente o elevadas. También incluidas en este grupo están aquellas combinaciones de sales, un miembro de las cuales, cuando es aislado, no presente reacción ácida alguna, pero que, en combinación con otra sal o sales, no altere las características de la combinación, de mane-

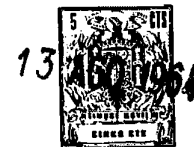
303452

13 AGO 1964

ra que evite una reacción ácida a temperaturas del ambiente o elevadas. Por vía de ilustración, la amplia gama de sales que pueden utilizarse incluye, pero sin que ello signifique limitación, las sales de amoníaco, aminas y metálicas de ácidos clorhídrico u otros halógenos, ácidos sulfúricos, tiosulfúricos, sulfurosos, sulfámicos, fosfóricos, fosforosos, fluobóricos, nítricos, nitrosos, carboxílicos y sulfónicos, ya sea solos o en combinación. Entre los ejemplos específicos de estos grupos escogidos por su bajo coste y asequibilidad, sin que signifique limitación de la presente invención, están el cloruro de amoníaco, sulfato de amoníaco, sulfito de amoníaco, bisulfito de amoníaco, tiosulfato de amoníaco, fosfato dihidrógeno de amoníaco, fosfato diamonio, sulfamato de amoníaco, nitrato de amoníaco, acetato de amoníaco, citrato de amoníaco, hidrocloreuro 2-aminopropanol, cloruro de magnesio, sulfato de magnesio, dihidrógeno fosfato de magnesio, cloruro de aluminio, acetato de aluminio, sulfato de aluminio, cloruro de zinc, acetato de zinc, nitrato de zinc, fluoborato de zinc, cloruro de calcio, cloruro de bario, cloruro férrico, cloruro estánico y cloruro crómico. Como puede apreciarse, una gran diversidad de sales puede ser empleada ventajosamente en la presente invención. Sin embargo, el cloruro de magnesio es particularmente apropiado.

Los textiles que pueden ser tratados incluyen, pero no están limitados a los mismos, textiles de fibras de celulosa, ya sean naturales o regeneradas o mezclas de

303452



las mismas con otras fibras, fibras sintéticas y mezclas de ellas con otras fibras incluyendo fibras poliamidas, de poliéster, de poliolefina, acrílicas y otras producidas por síntesis química, fibras animales incluyendo
5 lana y otras fibras obtenidas de fuentes agrícolas en donde las fibras se producen naturalmente o son producidas de materias no fibrosas.

El término "textiles" se refiere a, v.gr., todo el cuerpo de materiales laminares filamentosos, incluyendo
10 textiles tejidos, no tejidos y similarmente constituidos, hilazas, hilos, y agregados similares de fibras ya sean hilados, retorcidos o trenzados, agregaciones de primera torsión, torzales, devanados y similares de fibras ya sean dispuestas en un orden o al azar y fibras en rama.
15 También incluidos en esta definición están el papel y otros productos para la fabricación del papel, ya sean constituidos de materiales fibrosos naturales o sintéticos.

Las proporciones de los catalizadores pueden variar
20 entre alrededor de 0.1 a 4.0% de ácido y alrededor de 0.1 a 4.0% de sal, con respecto al peso de la solución, pero concentraciones fuera de estos promedios pueden resultar útiles en casos especiales. Más generalmente, el nivel preferido tanto del ácido como de la sal es en
25 el promedio de alrededor de 0.5% a 1.5% basado en el peso de la solución.

Para llevar a cabo el tratamiento, la primera operación consiste en la impregnación del textil con una

3 1 0 = 10



solución acuosa o suspensión del aminoplasto y del catali-
zador, ya sea en un solo baño o en una serie de baños,
mediante inmersión, etc. Generalmente, sin embargo, el
aminoplasto y el catalizador serán aplicados en un solo
5 baño mantenido a temperatura ambiente o a temperaturas
ligeramente elevadas, generalmente a no más de 49°C. La
absorción de aminoplasto será generalmente de alrededor
1% a 15% relativo al peso seco, pero pueden ser deseables
más altos niveles para casos específicos. Bajo ciertas
10 condiciones, sin embargo, puede ser ventajoso aplicar el
aminoplasto de un baño y el catalizador de un segundo
baño. La separación de los componentes de este modo da
lugar a una duración mucho mayor del baño de aminoplasto
y permite mantener temperaturas más altas en la fase de
15 impregnación. La temperatura máxima permisible en el
aminoplasto dependerá principalmente de la estabilidad
al calor del aminoplasto utilizado, pero para algunos
aminoplastos, especialmente aquellos que no muestran
tendencia a formar residuos insolubles cuando se calien-
20 tan soluciones no catalizadas que los contienen, cual-
quiera temperatura práctica de operación puede ser man-
tenida. Para la solución catalizadora, la temperatura
seleccionada es generalmente de 82°C o más alta pero
cualquier temperatura práctica desde la temperatura
25 ambiente a la de ebullición puede ser utilizada. Después
de la aplicación del aminoplasto y catalizador, los texti-
les tratados pueden ser curados de cualquiera de los tres
modos siguientes:



(1) El textil tratado puede ser vaporizado entre alrededor de 15 segundos o menos a 5 minutos. En algunos casos, por ejemplo cuando hilazas o fibras son tratadas en rama, los períodos de vaporización pueden ser ampliados para asegurar que la masa total quede vaporizada. Sin embargo, para tejidos ordinarios, la duración de la operación de fijación será alrededor de 15 a 90 segundos, típicamente de 30-60 segundos. La temperatura del vapor puede ser de 100°C o mayor, típicamente de 104°C a 121°C.

(2) Los textiles tratados pueden ser simplemente secados para inducir el curado. Preferiblemente, la temperatura de secado es mantenida en el promedio de 104°C a 121°C, aun cuando pueden utilizarse temperaturas fuera de este promedio. La consideración primaria que debe observarse es que los textiles tratados no se calienten más allá de la etapa de secado a temperaturas en exceso de alrededor de 121°C a 149°C. Si ello se hiciera, se causarían daños y deterioros a los textiles. El tiempo y la temperatura de secado dependerán de las condiciones impuestas por el sistema incluyendo el equipo de tratamiento y los textiles que están siendo tratados.

(3) Los textiles tratados pueden ser curados manteniéndolos en estado húmedo. Aun cuando una de las ventajas principales de la presente invención es su adaptabilidad a operaciones continuas a alta velocidad, en algunos casos puede resultar ventajoso tratar textiles



en operaciones de bacheo. En tales casos, el curado puede obtenerse en tan corto tiempo como tres horas a 32°C a 38°C aun cuando el tiempo de mantenimiento puede ampliarse sin efecto detrimento en los textiles tratados.

5 Alternativamente, el tiempo de mantenimiento puede ser reducido si la temperatura de mantenimiento es aumentada.

Después del curado, los textiles pueden ser lavados con agua, con o sin un agente activo de superficie y otros auxiliares de lavado, y secados. Es posible hacer
10 seguir la fijación húmeda de una etapa de curado seco. Ello tiende a incrementar las propiedades conferidas por la fijación húmeda y puede lograrse, bajo condiciones apropiadas, sin efectos deletéreos o solamente insignificantes. De esta manera, un textil tratado puede
15 ser simplemente secado a temperatura elevada sin subsiguiente lavado a la fijación húmeda para lograr generalmente una mejora en las propiedades. Alternativamente, los textiles pueden ser lavados subsiguientemente a la fijación húmeda y luego puede efectuarse la aplicación
20 de aceleradores o catalizadores convencionales de curado, tales como, aunque no limitados a los mismos, la amina de amoníaco, sales de magnesio, aluminio y zinc de ácidos hidroc্লórico, fosfórico, sulfúrico, nítrico, fluobórico y otros, o de un ácido per se. En general,
25 para evitar o reducir al mínimo que el material sometido a un tratamiento de curado seco se perjudique, los textiles son meramente secados de la manera mencionada arriba después de la aplicación del agente de curado seco,



5 aun cuando las temperaturas y tiempos de secado puedan ser tan altas o largos como se desee para cumplir con dichas temperaturas y tiempos seleccionados, las condiciones impuestas por el sistema, incluyendo el equipo de tratamiento y los textiles que estén siendo tratados.

10 Una característica sorprendente de la presente invención para procesos en los que los textiles que están siendo tratados están en contacto con la solución de tratamiento más que momentáneamente, como por ejemplo, en aparejos de teñir, autoclaves, etc., la resina puede hacerse expulsar al estar tratando los textiles. De esta manera, es posible tratar los textiles en una concentración relativamente baja de aminoplasto y obtener una alta concentración de fijación de aminoplasto en los textiles tratados. Por vía de ilustración, cuando fueron tratadas hilazas similares en un correspondiente equipo con una solución catalizada que contenía 4.2% de aminoplasto y las condiciones eran similares, excepto que la temperatura de la solución de tratamiento fué variada de 27°C a 49°C, el promedio de fijación del aminoplasto fué como sigue:

	<u>Temperatura</u>	<u>% Aminoplasto fijado</u>
	27°C	5.2%
	38°C	7.6%
25	49°C	9.9%

Similarmente, el tiempo de expulsión influenciará el grado de expulsión de la resina, como lo harán otros factores tales como la combinación de catalizador parti-

303452



cular que esté siendo utilizada, el aminoplasto, y la preparación previa de los textiles que están siendo tratados. Como lo comprenderán los entendidos en la materia, tales procesos y consideraciones son comunes en el secado exhaustivo.

5

Los tiempos y temperaturas exhaustivos quedan restringidos solamente por la estabilidad de la solución de tratamiento empleada. Es decir, el tiempo y temperatura de expulsión son seleccionados de manera que la precipitación o coagulación del aminoplasto residual dentro del cuerpo de la solución no tenga lugar.

10

En sustitución de la vaporización, otra forma de realización del procedimiento consiste en hacer pasar el textil impregnado con la solución o dispersión del aminoplasto, con o sin el ácido o sal, por una solución de una sal, un ácido o una solución de una sal y un ácido que sea mantenida a temperatura elevada, preferiblemente de 82°C o mayor. Otra forma de realización de la presente invención implica la aplicación al textil de una solución de aminoplasto no catalizada o de una solución de aminoplasto que contenga un componente de la solución catalizada de sal acídica, ya sea caliente o fría, seguida de la aplicación del sistema catalizador, o del segundo componente del sistema catalizador, en caliente o frío, pudiendo ser fijado o no, el textil, además, mediante vaporización como se ha expuesto más arriba.

15

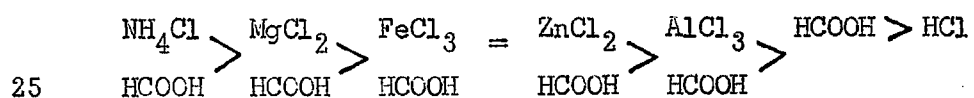
20

25

Un medio sencillo para la evaluación preliminar del sistema catalizador para la fijación húmeda de los

303452

aminoplastos ha sido establecido. En esta evaluación, una cantidad medida de una solución o dispersión del aminoplasto que contenga el sistema catalizador a experimentar es introducida en un tubo de ensayo que haya sido previamente sumergido en un baño de agua de 82°C y es mantenido a esta temperatura por control termotático. El tiempo requerido para que tenga lugar la condensación del aminoplasto, determinada por una nebulosidad visible o precipitación, y la temperatura a la cual dicha nebulosidad o precipitación ocurre, se emplean como indicación de la eficiencia catalítica del sistema que está siendo evaluado. Mediante dichos elementos, por ejemplo, las eficiencias relativas de un grupo de cloruros para efectuar la fijación húmeda fueron determinadas. En este grupo, una solución standard de una resina de melamina metilada fué catalizada con ácido fórmico y, a concentraciones iguales, en recipientes separados, combinaciones de ácido fórmico y cloruros de amoníaco, magnesio, zinc, aluminio y férricos y ácido clorhídrico. Por este método se ha encontrado que los promedios relativos de reacción de estos sistemas catalíticos que incluyen ácido fórmico fueron del siguiente orden:



se observará que el promedio relativo de reacción de una sal en este sistema no está necesariamente relacionado con el carácter ácido de la sal. Esta prueba es

válida solamente para aquellos aminoplastos que forman polímeros insolubles. Sin embargo, sirve como guía efectiva en los sistemas catalizadores seleccionados que son también aplicables a aquellos aminoplastos que no forman polímeros insolubles.

Los siguientes ejemplos ilustran la realización práctica de la invención:

EJEMPLO I

Una tela de sarga de algodón de un peso de alrededor 356g/m² que ha sido medida, limpiada, teñida y lavada para quedar substancialmente libre de residuos, es pasada en una operación continua a través de un equipo impregnador, vaporizador y lavador. El recipiente del impregnador contiene una solución acuosa de:

- 12% melamina metilada
- 1.0% hexahidrato de cloruro de magnesio
- 1.0% ácido fórmico
- 0.2% condensado de óxido polietileno de nonilfenol (agente humectante)

mantenida a temperatura ambiente. El tiempo de permanencia en el vaporizador es de sesenta segundos. El tiempo total de permanencia en el sistema es alrededor de dos y medio minutos. La tela es secada de manera continua durante dos minutos y medio a 149°C.

Al comparar las características de encogimiento de la urdimbre y la resistencia a la rotura de (1) la tela tratada, (2) la tela sin tratamiento, y (3) una tela tratada como arriba, excepto que ha dejado de incluirse

el hexahidrato de cloruro de magnesio en las formulaciones, se obtuvieron los siguientes resultados:

5	Encogimiento de Urdimbre.	Resistencia a rotura	
		Urdimbre	Relleno
	(1) 6.8%	64.85 kg/pulg.(2,54 cm)	37.18 kg/pulg.(2,54 cm)
	(2) 20.8	63.94 kg/pulg.(2,54 cm)	36.28 kg/pulg.(2,54 cm)
	(3) 18.9	63.59 kg/pulg.(2,54 cm)	36.28 kg/pulg.(2,54 cm)

10 Como puede verse, se obtuvo una mejora substancial en el encogimiento de la urdimbre sin menoscabo de la resistencia de la tela. Además, la tela tratada quedó plana y lisa una vez seca lo que en cambio no ocurrió con las otras. La tela no resultó atiesada por el tratamiento.

EJEMPLO II

15 El procedimiento del Ejemplo I fué seguido para la misma tela excepto que la última parte de la operación de lavado consistió en la aplicación de una solución al 1% de hexahidrato de cloruro de magnesio a 82°C, seguida de secado, como antes, durante dos y medio minutos a 149°C. El encogimiento de la urdimbre de esta
20 tela fué de 5.3%, la resistencia a la rotura de la urdimbre fué de 63.59 kg/pulg.(2.54 cm) y la resistencia a la rotura del relleno fué de 36.28 kg/pulg.(2.54 cm).

EJEMPLO III

25 El procedimiento del Ejemplo II fué seguido para una tela que contenía hilos compuestos de un núcleo de fibras de poliamida cubierto con una capa exterior de algodón. La tela tratada y una tela similar sin tratar fueron sometidas a una fijación por calor a 193°C durante



cuarenta y cinco segundos bajo condiciones idénticas. Se encontró que el encogimiento de la tela tratada, tanto en la urdimbre como en el relleno, era menor del 50% del encogimiento de la tela sin tratar, y que la tela tratada no se amarillaba como la tela sin tratar en la operación de fijación por calor. En una operación de lavado subsiguiente a la fijación por calor, el encogimiento de la tela tratada era substancialmente menor que el de la tela no tratada. La tela tratada no se deshilachaba en el lavado y secaba de manera lisa y plana, mientras que la tela sin tratar se deshilachaba lastimosamente en el lavado y se secaba muy arrugada.

EJEMPLO IV

Una tela de toalla de rizo fué tratada como en el Ejemplo I. Nuevamente se encontró que la estabilidad dimensional de la tela había mejorado substancialmente sin merma de la resistencia y sin hacerse rígida. Se observó posteriormente al lavarse la tela tratada que el conjunto de los rizos o bucles permanecían altos y erguidos en contraste con la masa de rizos de una tela sin tratar similamente lavada, que resultó aplanada y aplastada. Las absorbencias de la tela tratada y sin tratar fueron comparadas por el método de mecha con los siguientes resultados.

	<u>Absorbencia de Mecha</u>
Tratada	9,14 cm
Sin tratar	8,12 cm

Como puede verse, la absorbencia de la mecha de la tela

13452

13 AGO 1964



tratada fué ligeramente más alta que la tela sin tratamiento.

EJEMPLO V

Una tela de dril de algodón es tratada como en el
5 Ejemplo II excepto que la concentración de melamina es
de 18% en el baño de tratamiento. Se obtiene estabilidad
dimensional mejorada y propiedades de secado liso
sin merma apreciable en la resistencia y, además, la
tela conserva toda su resistencia cuando se la mantiene
10 enterrada durante dos semanas en un lecho de tierra de
tal potencia que una tela sin tratar se descomponga
completamente en el mismo período de tiempo.

Se han llevado a cabo pruebas en telas de algodón
tratadas con resinas de melamina-formaldehído de acuerdo
15 con el procedimiento expuesto y éstas han indicado que
de 90 a 100% de la resina aplicada quedó fijada en la
tela. Estas pruebas incluyeron la ebullición en una
solución acuosa que contenía 5.0% de ácido fosfórico y
1.5% de urea. La ebullición se continuó hasta que la
20 tela daba una prueba negativa para formaldehído, general-
mente 30-60 minutos, y después se determinó la pérdida
de peso, indicando el porcentaje de resina retenida la
proporción de fijación. Por comparación, pruebas simi-
lares llevadas a cabo en telas tratadas según un pro-
25 cedimiento conocido de curado húmedo indicaron que
un 70% de fijación y curado seco fija normalmente
alrededor de un 70% de la resina aplicada.

303452



EJEMPLO VI

Un hilado mercerizado de algodón fué tratado con una solución que contenía:

- 5 4.2% de una resina triazina comercial (Ferotex Resina 23)
- 0.75% de hexahidrato de cloruro de magnesio
- 0.75% de ácido fórmico
- 0.2% de condensado de óxido polietileno de nonil-
 fenol (surfactante),

10 en un tanque de blanquear. La solución a 38°C fué pasada a través del hilado durante treinta minutos. La solución en exceso fué extraída del hilado y éste fué mantenido de tres a dieciseis horas a temperatura ambiente y secado. Los hilos tratados fueron colocados en los bordes de

15 toallas y sometidos a pruebas de encogimiento. Se encontró que los bordes de las toallas que contenían dichos hilos eran altamente resistentes al arrugado, lo mismo cuando los hilos fueron mantenidos durante tres horas que dieciseis horas antes del secado, en tanto que los

20 bordes de las toallas que contenían hilos similares no tratados se arrugaron fuertemente en la prueba de encogimiento. En el análisis químico, se encontró que la proporción de resina fijada en el tratamiento era virtualmente igual en hilos mantenidos durante tres, cuatro,

25 cinco, seis, siete o dieciseis horas antes del secado. El contenido medio de resina fué de 7.6%. La durabilidad de la resina fué tal que mucho más del 90% de la presente en el borde teñido y acabado de la toalla estaba aún

303452



presente después de 30 lavadas.

EJEMPLO VII

La solución del Ejemplo VI fué aplicada a hilos de algodón crudo, hilos de algodón mercerizado, hilos de algodón blanqueado é hilos de algodón blanqueado y mercerizado. Las condiciones de aplicación incluían temperatura de 49°C de la solución y 30 minutos de tiempo de saturación. Los hilos fueron mantenidos húmedos durante tres horas o más antes de la aplicación de una solución que contenía:

- 0.5% de metabisulfito de sodio
- 0.25% de pirofosfato de tetrasodio
- 0.1% de amoníaco acuoso

a 82°C, seguida de secado. Se encontró que los bordes de las toallas que contenían estos hilos eran altamente resistentes al arrugado debido al encogimiento. Se observó además que la resina estabilizaba tan eficientemente a los hilos que la operación de blanqueo normal no eliminaba la coloración normal de los hilos crudos y mercerizados. Por otra parte los hilos blanqueados, y blanqueados y mercerizados, no sufrieron decoloración alguna por el tratamiento y quedaron aceptablemente blancos en las toallas blancas normales. La fijación de la resina en estos hilos variaba entre 10 y 12%. Después de treinta lavadas caseras, se encontró que los hilos tratados retenían el 90% y aun más del aminoplasto presente en los hilos tratados de las toallas terminadas.

303452

EJEMPLO VIII

Madejas de hilos de algodón blanqueado y mercerizado de 20's/2 cabos fueron tratadas durante 30 minutos en la solución del Ejemplo VI a 49°C. Los hilos fueron mantenidos durante 2 horas a 65°C en una envolvente impermeable a la humedad y finalmente secados a 104°C. Por la ganancia en peso se encontró que un 9.7% había sido adicionado. Mediante el análisis de nitrógeno, se encontró un 9.4%.

10 Hilos similares fueron tratados bajo condiciones idénticas excepto que el 1% de un triglicérido epoxidizado (Epoxal 9-5, Swift and Company) fué añadido al medio impregnante en la forma de una emulsión. Mediante mediciones de las ganancias en peso se encontró que un 18.6% fué adicionado. El análisis de nitrógeno indicó que un 13.1% de aminoplasto fué añadido.

Este ejemplo ilustra que los aminoplastos pueden ser hechos para quedar depositados sobre el textil tratado y también el efecto sinérgico del triglicérido epoxidizado.

EJEMPLO IX

Un paño fino de 136 x 64, mercerizado y blanqueado, fué sumergido en un medio acuoso que contenía:

- 3.3% de resina triazina
- 25 0.84% de triglicérido epoxidizado
- 0.5% de fluoborato de zinc
- 1.0% de ácido cítrico
- 0.2% de condensado de óxido de etileno de

307



nonilfenol (agente humectante)

La tela fué tratada durante 60 minutos a 65°C,
exprimida a un contenido de aproximadamente 60% de solu-
ción y mantenida durante 2 horas a 65°C en una envolvente
5 cerrada de polietileno. La tela fué secada a 104°C, la-
vada en un medio alcalino, enjuagada y secada nuevamente.
La ganancia en peso medida fué de un 11.5% con respecto
a la tela sin tratar.

EJEMPLO X

10 Este ejemplo no es aplicable exépto que puede
demostrar que el triglicérido epoxidizado es hidrolizado
hasta cierto punto en el tratamiento para actuar como
componente ácido del catalizador y como correactivo.

El proceso del Ejemplo IX fué repetido excepto que
15 el ácido cítrico fué eliminado y se añadieron 0.25%
de formaldehido y 0.5% de acetona al sistema acuoso.
Todas las condiciones del tratamiento fueron idénticas.
Por las mediciones de la ganancia en peso se encontró
un aumento de un 17.0% con respecto a la tela sin
20 tratar.

EJEMPLO XI

En una operación continúa, una tela de dril de la
Armada de 254 g de peso fué empapada en un medio acuoso
que contenía:

- 25 16.4% de resina triazina
- 6.1% de derivado graso emulsionado de formaldehido
de melamina (repelente al agua)
- 1.2% de hexahidrato de cloruro de magnesio

20345

1.2% de ácido fórmico

La tela fué vaporizada durante un minuto a 104°C, lavada a 60°C y pasada a través de una solución de 82°C que contenía 3.7 gramos por litro de hexahidrato de cloruro de magnesio. La tela fué entonces escasamente secada a 148°C.

Se encontró que la tela tenía un promedio de rociamiento de 100 (AATCC Standard Test Method 22-1961 - Método de Prueba Standard) y retenía toda su resistencia al cabo de dos semanas de enterrada, mientras que la tela sin tratar quedó completamente deteriorada entre siete y nueve días. El encogimiento de la urdimbre de la tela tratada fué de 4.4% comparado con 9.9% de la tela sin tratar. Cuando un cono invertido de la tela tratada fué suspendido por su base y llenado con agua, no se produjo filtración en un período de veinticuatro horas. Por el contrario, la tela sin tratar, probada de manera similar, filtraba instantáneamente.

Este ejemplo muestra la eficacia del repelente de agua incluido en el presente proceso.

Otras pruebas han comparado el uso de los componentes catalizadores separadamente y en combinación. Las telas fueron impregnadas con una solución de aminoplasto que contenía el componente ácido sólo, el componente salino sólo o ambos componentes, y después fueron pasadas continuamente desde un equipo impregnador que contenía la solución de tratamiento a través de una cámara vaporizante entre 30 y 60 segundos, seguido de lavado.



Se comprobó que una fijación húmeda substancial ocurre solamente en la tela tratada con la solución que contenga ambos componentes catalizadores, demostrando de esta manera su cooperación sinérgica.

5 Por razón de las propiedades únicas impartidas mediante la fijación húmeda, puede lograrse una amplia variedad de efectos en diversos textiles. Por ejemplo, la tendencia de los textiles a encogerse al lavarlos puede ser materialmente reducida en algunos casos y
10 eliminada por el tratamiento con un aminoplasto mediante el presente proceso de fijación húmeda. La tendencia de algunos textiles, principalmente poliamidas, a encoger en la fijación por calor, puede ser materialmente reducida. Los textiles pueden ser coloreados mediante la
15 incorporación de tintes y pigmentos adecuados en la solución resinosa, incluso aquellos textiles de fibras sintéticas que son notablemente resistentes a la coloración. Alternativamente, el color puede ser desarrollado en textiles por ejemplo mediante el uso de cloruro férrico
20 en la solución de aminoplasto y un lavado alcalino seguido a la fijación que precipita un compuesto insoluble de hierro coloreado y provee color in situ. Los hilados de algodón pueden obtener propiedades de estiramiento mediante la fijación húmeda de un aminoplasto en
25 y sobre un hilado altamente torcido, seguida de un re-torcido del hilado tratado. Los hilos del borde de toallas que debido a la geometría de la tela encogen aparentemente en una medida mucho mayor que los hilos de fondo,

303452



pueden hacerse resistentes al encogimiento en el lavado y evitar así la distorsión usual de las toallas debido a este encogimiento. Las telas tratadas mediante este método, especialmente celulósicas, muestran propiedades incrementadas de elasticidad y de suavidad de secado sin volverse rígidas. Los textiles tratados son resistentes a la degradación biológica. Mediante la incorporación de agentes adecuados en el medio impregnante, los textiles tratados pueden ser hechos resistentes al agua, resistentes al fuego, resistentes a crecimientos superficiales o resistentes a la degradación actínica.

Pueden ser suavizados, atiesados o alterados de otra manera para incrementar propiedades de tacto, de deslizamiento o facilitar el cosido.

Por ejemplo, de acuerdo con uno de los aspectos de la invención, el curado con el aminoplasto antes mencionado es efectuado con el producto de Ciba Company conocido como Phobotex FTC que es un ácido graso derivado de melamina que ha sido precondensado con melamina y que está capacitado para condensación propia y reacción con celulosa. Puede describirse como un precondensado ácido graso de melamina formaldehído que es un material emulsionable y, cuando es curado sobre una tela de fibras celulósicas o sintéticas imparte repelencia al agua.

Normalmente, el Phobotex FTC y repelentes de agua similares, requieren curado a temperaturas elevadas, v.gr., a 149°C, y más altas, durante varios minutos en

303452



dependencia de la temperatura de curado y característi-
cas termales de la tela que se hace repelente al agua.
Este curado seco puede ser perjudicial a la tela como
aquí se ha descrito. Consecuentemente, el presente
5 proceso provee una ventaja substancial al permitir el
curado a temperaturas más bajas.

El siguiente ejemplo ilustra este aspecto de la
invención.

EJEMPLO XII

10 Tiras de un dril de la Armada de 294 g, blanquea-
do, y un dril crudo de la Armada de 294 g, ambas telas
de algodón, fueron pasadas a través de la mezcla men-
cionada, vaporizadas a alrededor de 104°C por sesenta
segundos y lavadas en agua a 60°C en una operación
15 continúa. La absorción húmeda de la mezcla en la tela
fué alrededor de 50 a 60%. Después de lavar la tela fué
secada como tira en movimiento continuo durante tres
minutos a 121°C.

La mezcla aplicada contenía:

20	Precondensado triazina-formaldehido	-13%	en peso
	Pre-condensado ácido graso de mela- mina formaldehido (emulsionado)	- 5.5%	" "
	Fluoborato de zinc	- 1.0%	" "
	Ácido fórmico	- 1.0%	" "
25	Condensado fenol alquilo-óxido etileno (agente humectante)	- 0.1%	" "

La tela tratada tenía las siguientes propiedades
de repelencia al agua:

303452



	Prom.de Rociado AATCC	Permeabilidad al Agua AATCC	Promedio Hidrostático AATCC	Resistencia a rotura (N x F)
5	Dril Blanqueado 100	0 ml.	41.2 cm	78.92 kg x 46.26 kg
	Dril Crudo 100	2.7	32.5	68.94 kg x 66.22 kg

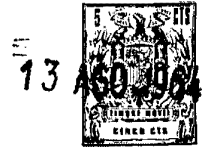
10 En una comparación, el fluoborato de zinc y el ácido fórmico de la mezcla anterior fueron reemplazados por cloruro de magnesio al 2.1%. Las tiras de las dos telas fueron pasadas a través de la nueva mezcla para obtener alrededor de 50-60% de absorción húmeda. Estas tiras de tela fueron secadas tres minutos a 121°C y curadas 3 minutos a 162°C. Se lavaron en agua a 60°C y se volvieron a secar durante tres minutos a 121°C.

20 Así, las únicas diferencias en los dos juegos de telas fueron los catalizadores de las mezclas y los métodos de curado.

La tela tratada con la última mezcla tenía las siguientes propiedades de repelencia al agua.

	Prom.de Rociado AATCC	Permeabilidad al Agua AATCC	Promedio Hidrostático AATCC	Resistencia a romperse (N x F)
25	Dril Blanqueado 70	0 ml.	39.9 cm	52.51 kg x 32.65 kg
30	Dril Crudo 100	41.5	33.8	51.25 kg x 51.25 kg

Como puede verse, las muestras curadas al vapor tenían propiedades de repelencia al agua iguales a, o mejores que, las muestras curadas normalmente en seco,



sin la pérdida de resistencia sufrida por las muestras curadas en seco.

Se apreciará que si bien diversas formas de realización específicas de la invención han sido descritas, cambios y modificaciones podrán ser introducidos en los detalles de composición y el modo de operar sin apartarse por ello de la esfera de la invención definida en las reivindicaciones.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle. También se hace constar que esta invención corresponde a la descrita en la solicitud de Patente Ser. Nº 301.952, depositada en 14 de Agosto de 1963 en los Estados Unidos de América, cuya prioridad se reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente de Invención, por veinte años, lo que queda resumido en las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Procedimiento para el tratamiento de textiles con aminoplastos, comprendiendo las operaciones de impregnar el textil con un líquido acuoso que contiene al menos un aminoplasto y un agente de curado y de fijar después el aminoplasto al textil mediante calentamiento a una temperatura elevada antes de que el textil se haya secado, caracterizado porque como agente de curado



se emplea una mezcla sinérgica de cuando menos una
substancia acídica que tiene una constante de disocia-
ción mayor de 10^{-6} y cuando menos una sal que presenta
una reacción ácida en medio acuoso y que es una sal de
5 un miembro del grupo consistente de amoníaco, aminas y
metales con un miembro del grupo consistente de ácidos
orgánicos e inorgánicos, acortando con ello el tiempo
requerido para fijar el aminoplasto al textil.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
10 caracterizado porque el aminoplasto es un condensado,
por lo menos parcialmente soluble en agua, de formalde-
hído con melamina.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
15 caracterizado porque el aminoplasto es un condensado,
por lo menos parcialmente soluble en agua, de formalde-
hído con urea.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque el aminoplasto es fijado al textil
mediante exposición al vapor.

20 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque dicho ácido es un miembro del grupo
de ácidos fórmico, sulfámico, glicólico, oxálico, cítrico,
diglicólico, tartárico, sulfuroso y ortofosfórico.

25 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque dicha sal es una sal de un miembro
del grupo de ácidos halógeno, sulfúrico, tiosulfúrico,
sulfuroso, sulfámico, fosfórico, fosforoso, fluobórico,
nítrico, nitroso, carboxílico y sulfónico.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque dicho ácido es el ácido fórmico y
dicha sal es el cloruro de magnesio.

5 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque comprende la operación de secar el
textil y de calentarlo a una temperatura elevada para
efectuar una fijación suplementaria.

9ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque el textil está compuesto de fibras
10 de celulosa.

10ª.- Procedimiento según la reivindicación 9ª,
caracterizado porque el textil es algodón.

11ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque el textil está compuesto de fibras
15 sintéticas.

12ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque el textil está compuesto de fibras
animales.

13ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
20 caracterizado porque el textil está compuesto de una
mezcla de fibras.

14ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque el textil es un tejido.

15ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
25 caracterizado porque el textil es una tela no tejida.

16ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado porque el textil es un tejido de punto.

17ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, ca-



racterizado porque el textil es un entreforro de algodón.

18ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el textil comprende fibras en disposición substancialmente ordenada.

5 19ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el textil es un hilado.

20ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el textil está compuesto de fibras en rama.

10 21ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el textil está compuesto por hebras de fibras.

15 22ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el textil está compuesto de filamentos.

23ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el líquido acuoso contiene también un agente capaz de impartir resistencia al agua al textil tratado.

20 24ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el líquido acuoso contiene también un agente capaz de impartir resistencia al fuego al textil tratado.

25 25ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el textil tratado se hace resistente a la degradación biológica.

26ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el líquido acuoso contiene también

13 AGO 1936



un agente capaz de retardar el crecimiento biológico en el textil tratado.

27ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el líquido acuoso contiene también un agente capaz de impartir color al textil tratado.

28ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el líquido acuoso contiene también un agente capaz de alterar el tacto del textil tratado.

29ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el líquido acuoso contiene asimismo un agente capaz de impartir al textil tratado resistencia al daño actínico.

30ª.- Procedimiento para el tratamiento de textiles con aminoplastos, particularmente para la fijación de aminoplastos en y sobre textiles, caracterizado porque un textil es tratado con un medio impregnante que contiene los aminoplastos y un ácido, seguido de impregnación con un medio que contiene una sal, proporcionando dichos ácido y sal en combinación un grado más rápido de fijación que cuando se usan solos cada uno.

31ª.- Procedimiento para el tratamiento de textiles con aminoplastos, particularmente para la fijación de aminoplastos en y sobre textiles, caracterizado porque un textil es tratado con un medio impregnante que contiene el aminoplasto y una sal, seguido de impregnación con un medio que contiene un ácido, proporcionando dichos ácido y sal en combinación un grado más rápido de fijación que cuando se usan solos cada uno.

303452



32ª.- Procedimiento para el tratamiento de textiles con aminoplastos, particularmente para la fijación de aminoplastos en y sobre textiles, caracterizado porque un textil es tratado con un medio impregnante que contiene el aminoplasto, seguido de impregnación con un medio que contiene un ácido y una sal, proporcionando dichos ácido y sal en combinación un grado más rápido de fijación que cuando se usan solos cada uno.

33ª.- Procedimiento para el tratamiento de textiles con aminoplastos, particularmente para la fijación de aminoplastos, caracterizado porque el medio impregnante contiene un aminoplasto, un ácido y una sal según se especifica en la reivindicación 1ª, y un triglicérido epoxidizado, estando presente dicho triglicérido epoxidizado en la proporción de alrededor un 5 a un 50% del peso del aminoplasto que está siendo utilizado.

34ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el textil se pone en contacto más que momentáneo con el medio de tratamiento, de manera que el aminoplasto es expulsado exhaustivamente sobre el textil tratado.

35ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el textil tratado es secado sin lavado intermedio.

36ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la fijación se efectúa mediante vaporización.

37ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,

303452

13  1964

caracterizado porque la fijación se efectúa manteniendo el textil mojado en estado húmedo.

38ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la fijación se efectúa secando el
5 textil humedecido, controlándose dicho secado de manera que el textil seco no se caliente por encima de 121°C.

39ª.- PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE TEXTILES CON AMINOCPLASTOS,
tal y como queda descrito y reivindicado en la presente
10 memoria que consta de treinta y cinco hojas mecanografiadas por una sola cara.

BARCELONA, 13 de Agosto de 1964.

WEST POINT MANUFACTURING COMPANY
P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y MODEI


P.P.

303452