

31 4526

P - 29.606

13 NOV 1965

13 NOV. 1965

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

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

formulada el 22 de Junio de 1.965, con el núm. 314.526

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de UNITED MERCHANTS AND MANUFACTURERS INC., entidad norteamericana, establecida en 1407, Broadway, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América, por:

"EL PROCEDIMIENTO PARA EL ACABADO DE MATERIALES TEXTILES CELULOSICOS"

=====

Este invento se refiere a unos procedimientos para el acabado de material textil y más particularmente, a los procedimientos de tratar materiales textiles de celulosa, tal como tejidos, e hilos de algodón, rayón y viscosa, para comunicar a los mismos características de lavado y uso sin plancha, un acabado o tacto suave deseable, resistencia a la arruga o pliegue, y ésto, sin perjudicar la resistencia a la tracción hasta un nivel no satisfactorio.

5

314526



El tratamiento de los materiales textiles de ce  
lulosa con formaldehído, es bien conocido para efectuar la  
unión tridimensional o reticulación de las moléculas de  
celulosa y mejorar así la resistencia a la humedad, resis-  
tencia al hinchamiento por agua, y resistencia al arruga-  
do de tales materiales textiles. Por ejemplo, la patente  
de los E.U.A. 2.108.520, concedida el 15 de Febrero de  
1.938, da a conocer el tratamiento de tejidos de viscosa  
con una solución acuosa que contiene formaldehído, un  
ácido alifático inferior o un ácido mineral y una sal me-  
tálica, tal como cloruro cálcico. Tales procedimientos co-  
nocidos hasta ahora, se han encontrado inconvenientes por  
varias razones, la principal de las cuales es que, inva-  
riablemente dan por resultado una degradación excesiva de  
las hebras, con la consiguiente producción de tejidos de  
pobre resistencia a la tracción por debajo de las normas  
aceptables comercialmente. En el tratamiento de los teji-  
dos por tales procedimientos conocidos hasta ahora, la re-  
sistencia a la tracción de las hebras de la trama, se re-  
duce en una extensión apreciablemente más grande que la  
resistencia a la tracción de las hebras de la urdimbre,  
de tal forma, que los tejidos se debilitan en una direc-  
ción cruzada mientras se tejen, haciéndolos inaceptables  
comercialmente.

Es un objeto principal del presente invento,  
crear un procedimiento para tratar los materiales texti-  
les de celulosa, esto es, tejidos o hilos, para comunicar  
a los mismos propiedades de lavado y uso sin planchado me-  
joradas, y ésto, con una reducción marcadamente menor de  
la resistencia a la tracción, de forma que los tejidos e

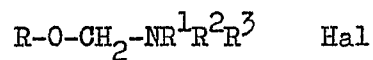


hilos acabados, tengan buena resistencia a la tracción, reunan las normas comercialmente aceptables en este aspecto, y tengan propiedades mejoradas de lavado y uso sin planchado, tacto, y resistencia al uso o desgaste.

5 Otro objeto de este invento, es crear una nueva solución acuosa que contiene aldehído, para llevar a la práctica el procedimiento de este invento.

10 Otros objetos y ventajas del presente invento, serán evidentes de la detallada descripción siguiente del mismo.

Según este invento, los materiales textiles de celulosa se tratan con una solución acuosa que contiene formaldehído, un polímero de formaldehído (polialdehído), que no tiene más de 6 átomos de carbono en la cadena, tal como dialdehído, paraformaldehído o trioximetileno; glutaraldehído; glioxal; aldehído acrílico (acroleína); aldehído metacrílico (metacroleína); o una mezcla de tales aldehídos, y una mezcla catalítica sinérgica, constituida (1) por la sal ácida de una amina primaria alifática, RNH<sub>2</sub>X, en la cual R es un grupo alquilo que no tiene más de 6 átomos de carbono, y X es un ácido fuerte, y (2) una sal de amonio cuaternario que tiene la fórmula



25 en la cual R es un alquilo que tiene de 12 a 18 átomos de carbono, y puede ser normal o ramificado, NR<sup>1</sup>R<sup>2</sup>R<sup>3</sup> es una amina terciaria alifática o una amina terciaria heterocíclica, tal como piridina, dialquil anilina, trialquilamina, piperidina, quinolina, picolina o un homólogo de  
30 cualquiera de estos compuestos, tal como las alquil piri-

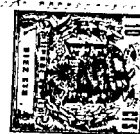
314526



dinas, piperidinas, quinolinas o picolinas, y Hal es un halógeno, preferiblemente cloro o bromo. El grupo alquilo de las alquil piridinas, puede tener de 2 a 6 átomos de carbono.

5                   La solución acuosa puede contener también un tercer (3) constituyente catalítico, a saber, un haluro, oxihaluro, nitrato o sulfato de un metal de los grupos 2,3 ó 4 de la tabla periódica o un ácido que comunique un pH inferior a 7, a la solución de tratamiento. Puede  
10 usarse cualquiera sal metálica soluble en agua que cuando se añade a agua produzca una solución que tenga un pH inferior a 7. Ejemplos de tales sales, son las alcalinotérricas, por ejemplo, cloruros, nitratos, bromuros, cloratos y yoduros de los metales calcio o magnesio, cloruro o  
15 sulfato de aluminio; fluoruro de boro; sales de zinc solubles, que incluyen el sílico-fluoruro de zinc, y el oxiclорuro de zirconio. En vez de o junto con la sal metálica, puede usarse un ácido orgánico, tal como el ácido cítrico, ácido acético, ácido monocloroacético o ácido fórmico.  
20

                  La solución de tratamiento acuosa, contendrá de 1% a 10% en peso de formaldehído (calculado como HOCH del 100%) o equivalente de aldehído, y no más del 10% en peso de la mezcla sinérgica de catalizadores con los componentes catalíticos en la mezcla presente, en cantidades  
25 aproximadamente iguales. Cuando se tratan materiales textiles de algodón, se usa una solución que contiene de 1% a 5% en peso de formaldehído (100% HCHO) o equivalente de aldehído. Cuando se traten materiales textiles de rayón o viscosa, el contenido de formaldehído o contenido de  
30

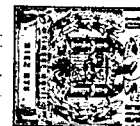


equivalente de aldehído, será del 2% al 10% en peso, calculado como HCHO del 100%.

El paraformaldehído, trioximetileno y otros polímeros de formaldehído, que se descomponen para dar formaldehído, se consideran como equivalentes a formaldehído sobre una base en peso. Dos partes de acroleína, metacroleína y glioxal, son equivalentes a una parte de formaldehído (HCHO del 100%); por tanto, la solución acuosa de tratamiento, puede contener de 2% a 20% de acroleína, metacroleína o glioxal (sobre la base de un 100% de sólidos), esto es, no incluyendo el disolvente en el cual, se incorporan estos aldehídos en la solución de tratamiento. Cuatro partes de glutaraldehído, son equivalentes a una parte de formaldehído, y por tanto, la solución de tratamiento, puede contener de 4 a 40 partes de glutaraldehído, sobre la base de un 100% de sólidos. Al usar una solución acuosa que contiene los componentes catalíticos (1) y (2) anteriores, la cantidad de la mezcla catalítica no excederá al 7% u 8% en peso aproximadamente, basado en el peso total de la solución de tratamiento. Preferiblemente, la solución contiene de 0,5% a 2% de cada componente catalítico (1) y (2) y si se usa también el componentes (3), como es preferido, se emplea en la cantidad de 1,5% a 2,5% en peso de la solución.

La solución de tratamiento puede contener también aditivos, tales como una pequeña cantidad, por ejemplo, de 0,1% a 5% en peso de un tampón para hacer mínima la degradación de la celulosa, debida al catalizador ácido. Ejemplo de tales tampones son melamina-formaldehído, resina de triacina-urea-formaldehído (Aerotex 23), dimetilol

314526



etilen urea, dimetilol dihidroxi etilen urea, diciandiami  
da (DCY). La solución puede contener también esteres de  
alcohol estearílico y melamina-formaldehído (Permel B ven  
dido por la American Cyanamide Company), o una mezcla de  
5 2 o más de tales tampones y de 0,5% a 4% de glicerina,  
glucosa o sorbita, que protege la celulosa y el aldehído  
en la solución de tratamiento durante las primeras fases  
del procedimiento, mientras el aldehído está principalmen  
te en la fase líquida.

10 Después de la aplicación de la solución de tra-  
tamiento a los materiales textiles celulósicos, a una tem  
peratura por debajo del punto de ebullición de la solu-  
ción, preferiblemente a la temperatura ambiente aproxima-  
damente (21°C.) aproximadamente, de forma que la humedad  
15 tomada sea de 65% a 85% en peso, con relación al peso en  
seco del material textil, se seca el material textil y,  
después, se cura a una temperatura de 104-177°C. durante 1  
a 10 minutos, preferiblemente de 2 a 5 minutos. Para algo  
20 dones, la temperatura de curado preferida, es de 150 a  
155°C, y para materiales textiles de rayón y viscosa, las  
condiciones de curado preferidas son a una temperatura de  
160°C. aproximadamente, durante 4 a 5 minutos aproxima-  
mente.

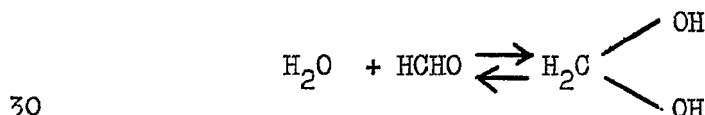
25 El tratamiento de los productos textiles de ce-  
lulosa, como se describió anteriormente, da por resultado  
un acabado que tiene un tacto blando, sedoso, lustroso,  
propiedades sobresalientes de lavado y uso sin planchado,  
no requiriendo casi o ningún planchado, después del lava-  
do, y excepcionalmente buenas propiedades de tracción,  
30 particularmente en comparación con los productos textiles



obtenidos por los procedimientos conocidos hasta ahora,  
 que suponen el tratamiento de los productos textiles con  
 formaldehído, o una composición conteniendo formaldehído.  
 Estas mejoras, se deben al sistema catalítico sinérgico  
 5 empleado según este invento.

Aunque la explicación de las mejoras efectuadas  
 por el sistema catalítico sinérgico, no está totalmente  
 conocida, se da la siguiente explicación, que se supone  
 correcta, para facilitar una mejor comprensión de este in-  
 10 vento. Se apreciará, sin embargo, que este invento, no de-  
 be limitarse a esta explicación.

El sistema catalítico sinérgico de este inven-  
 to, crea las condiciones más favorables para la reacción  
 entre el aldehído y la celulosa, con un deterioro substan-  
 15 cialmente menor de las propiedades físicas de la celulosa.  
 Los componentes de la mezcla catalítica, cooperan para  
 activar la reacción con rendimiento óptimo y con el míni-  
 mo efecto adverso sobre la celulosa. Para provocar las  
 reacciones del éter metilénico de la celulosa, las condi-  
 20 ciones de pH en el material textil, deben ser de 2,5 apro-  
 ximadamente y el aldehído debe convertirse en una forma  
 reactiva; mientras, en la solución acuosa los aldehídos,  
 por ejemplo, el formaldehído, no reaccionará con la celu-  
 losa en una extensión apreciable. En el estado acuoso, el  
 25 aldehído está presente principalmente, como hidrato, el  
 cual en el caso del formaldehído se representa por la si-  
 guiente ecuación;



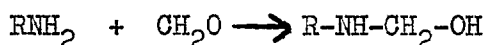
314526



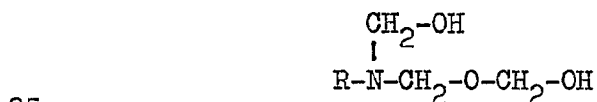
En esta forma, llamada aquí forma glicol, el formaldehído es prácticamente no reactivo con la celulosa.

5 La reacción entre el aldehído y la celulosa, tiene lugar en su mayor parte, durante la operación de curado, cuando en escasos segundos el aldehído está presente en una forma gaseosa. El componente (1) del sistema catalítico, crea el pH ácido simultáneamente con el desprendimiento del aldehído gaseoso de la forma de glicol al mismo tiempo que tiene lugar la reacción. La sal ácida  
10 de la amina primaria alifática, comienza por descomponerse y crea algunos iones  $H^+$  a temperaturas inferiores a  $93^{\circ}C.$ ; sin embargo, la porción mayor no se descompone para formar los vapores de amina e iones  $H^+$  a temperaturas superiores a  $115^{\circ}C.$ , esto es, de  $115^{\circ}$  a  $177^{\circ}C.$

15 Además, la amina reacciona con el formaldehído según la ecuación:



20 Estos compuestos de metilol reaccionan con más formaldehído para reemplazar al átomo de hidrógeno del N en el grupo metilol, y producir compuestos que tienen la fórmula:



con la consiguiente formación de una larga cadena polímera de oximetileno soluble en agua.

De lo anterior se deduce, que el aldehído en solución acuosa y en la forma de glicol, es fugaz o inestable y el aldehído debe mantenerse en el material textil  
30



en donde puede reaccionar con éste durante el curado para que el tratamiento consiga los resultados deseados. La sal ácida de la amina primaria alifática, sirve como un retentivo químico del aldehído y al mismo tiempo, crea las condiciones de acidez necesarias cuando la amina se descompone a las temperaturas de curado durante el curado y catalizar la reacción entre el aldehído y la celulosa.

El compuesto cuaternario, en la mezcla catalítica sinérgica, activa la autopolimerización del aldehído a polimerizados menos volátiles, que son más reactivos con la celulosa. El compuesto cuaternario, ejerce también un efecto de ablandamiento conveniente en el material textil. La presencia de estos compuestos cuaternarios, es particularmente importante durante las primeras fases del tratamiento; su presencia en la solución o baño de tratamiento, asegura la máxima utilización del aldehído. Durante el curado, la amina alifática parece ejercer la influencia catalítica más importante para activar la reacción entre el aldehído y la celulosa. Los dos juntos, tienen una influencia sinérgica en términos del efecto total sobre los productos textiles celulósicos, particularmente desde el punto de vista de comunicar a los materiales textiles propiedades mejoradas de lavado y uso sin planchado y tracción.

Las sales metálicas solubles en agua y/o los ácidos orgánicos, activan la formación de enlaces transversales intermoleculares de las moléculas de celulosa; los enlaces transversales intramoleculares, se deterioran menos en la celulosa que los enlaces transversales intermoleculares. Sin embargo, ambos tipos de enlaces transver

314526



sales son necesarios para crear un buen comportamiento de lavado y uso sin planchado. Emplear una mezcla catalítica que contiene los componentes (1) y (2) anteriores y no (3), puede producir un ángulo de pliegue muy seco y húmedo con un deterioro menor causado por los enlaces transversales intermoleculares; en otras palabras, la resistencia a la tracción es mayor y mientras las propiedades de lavado y uso sin planchado son buenas, no son tan buenas cuando se obtienen utilizando un sistema catalítico que contiene los tres componentes (1), (2), y (3) anteriores. Como se indicó, el uso de este sistema, da por resultado alguna pérdida de la resistencia a la tracción, principalmente a causa de la formación de más uniones transversales intermoleculares; el componente (3), es responsable de un deterioro mayor de las propiedades físicas de la celulosa que los componentes (1) o (2) de la mezcla catalítica sinérgica.

Como aldehído reaccionante, puede usarse cualquiera de los grados comerciales de formaldehído, glutaraldehído, glioxal, aldehído acrílico (acroleína), aldehído metacrílico (metacroleína), y polímeros de formaldehído que no contienen más de 6 átomos de carbono en la cadena, que incluyen al dialdehído, paraformaldehído y trioximetileno.

Durante el tratamiento, particularmente durante el curado, los polímeros de formaldehído o compuestos que contienen aldehído, se descomponen para liberar el aldehído.

Ejemplos del componente amina (componente (1) anterior), son las sales ácidas de la monoetanolamina;

314526



butanol amina; etil amina; 2-amino-1-butanol; 2-amino-2-  
metil-1-propanol; 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol; 2-ami-  
no-2-etil-1,3-propanodiol; tris(hidroxi-metil)-aminometano,  
particularmente las sales del ácido clorhídrico, ácido sul-  
fúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico o ácido cítrico.  
5 El componente amina en combinación con los otros consti-  
tuyentes de las soluciones de tratamiento, crea un pH de  
2 a 4 en el material textil durante el curado. Cualquier  
sal ácida, que dé este valor de pH, puede usarse. Es pre-  
ferido el clorhidrato de 2-amino-2-metil-1-propanol, cono-  
10 cido comercialmente como catalizador AC.

Ejemplos del componente de amonio cuaternario  
(componente (2) anterior, son el cloruro de estearamida  
metil piridinio; cloruro de octadecil oximetil piridinio;  
15 cloruro de oleiloximetil piridinio; cloruro de estearami-  
da metil picolinio; cloruro de estearamida metil quinoli-  
nio; el componente cuaternario preferido es el cloruro de  
estearamida metil piridinio, vendido comercialmente bajo  
el nombre comercial de Zelan <sup>AP</sup>, principalmente porque es  
20 fácilmente utilizable.

Para preparar el baño de impregnación empleado  
para aplicar la solución de tratamiento, una porción del  
agua se mezcla con el aldehído, y se añaden los otros  
constituyentes en forma de solución a la mezcla agua al-  
25 dehído. La sal de amonio cuaternario, se disuelve en agua  
caliente (temperatura 70°C). Los otros constituyentes usa-  
dos, si no son solubles en agua a la temperatura ambien-  
te (21°C. aproximadamente), se disuelven en agua a una  
temperatura elevada inferior al punto de ebullición. La  
30 temperatura del baño, dependerá de los constituyentes

314526



particulares empleados, y debe ser tal, que todos los con  
tituyentes permanezcan en solución. Puede usarse cualquier  
temperatura por debajo del punto de ebullición del agua.  
Como indicación práctica, pueden usarse temperaturas próxi  
5 mas a la temperatura ambiente o algunos grados por encima  
de la temperatura ambiente, por ejemplo, de 21°C. a 43°C.  
aproximadamente.

En vez de hacer la impregnación (en baño) de  
los materiales textiles con la solución de tratamiento, ésta  
10 puede rociarse o aplicarse de otra forma para impregnar el  
material textil con la solución de tratamiento. La humedad  
tomada es de 65% a 85% en peso, basado en el peso del ma-  
terial textil seco. Después de la aplicación, el material  
textil tratado, se seca a una temperatura de 93°C. a 127°C.  
15 C. durante 0,5 a 2 minutos. Los materiales textiles secos,  
se curan entonces a una temperatura de 105°C. a 177°C.  
durante 1 a 10 minutos, estando la temperatura y el tiem-  
po de curado inversamente relacionados.

Después de esto, el tejido se lava con agua, o  
20 jabón y agua; este lavado separa el aldehído no reaccio-  
nado y los productos de reacción no unidos, si se forman  
tales productos.

Los ejemplos siguientes se dan para ilustrar el  
invento. Se apreciará, que el invento no se limita a es-  
25 tos ejemplos.

En estos ejemplos, la solución de tratamiento  
estuvo a la temperatura ambiente (21°C.), cuando la tela  
se pasó a través de ella y pasó a través de la zona de  
agarre de los rodillos de impregnación, dejando éstos con  
30 una humedad de 70% aproximadamente. El algodón así trata-

314526



do se secó previamente de 93°C. a 127°C. y luego se curó a 154°C. durante tres minutos.

5 El tejido tratado en los ejemplos 1 a 12 inclusive, fue un popelín de algodón de 5,7 m<sup>2</sup> por kilo y que tenía una cuenta de 136 x 64.

10 En los ejemplos que utilizan formaldehído, se utilizó formaldehído acuoso comercial de 37% en peso estabilizado con metanol. El Aerotex se usó en la forma utilizable comercialmente que contiene 48% de sólidos, en un medio acuoso o isopropanol-acuoso.

Los valores de porcentaje, que se dan en los ejemplos, no están basados en el HCHO del 100%, sino en la cantidad de solución comercial de formaldehído, que se añade realmente, para producir la solución de tratamiento.

15 El componente (1) en los ejemplos, fue el Catalizador AC, pero cualquier otra sal ácido de una amina primaria alifática, que tenga 6 átomos de carbono o menos, tales como la sal de ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico, ácido fosfórico o ácido cítrico, puede  
20 usarse con los mismos resultados.

El componente (2) fue Zelan (el compuesto usado fue el cloruro de estearamida metil piridinio), pero cualquier otra sal de amonio cuaternario, como se dio a conocer anteriormente, puede usarse con resultados iguales.  
25 Todos los valores de porcentaje, que se dan, son en peso, basados en el peso de la solución total.

314526



EJEMPLO 1

		<u>Por ciento</u>
	Formaldehido	12,0
5	Aerotex	2,0
	Glicerina	1,5
	DCY	0,25
	Catalizador AC	0,5
	Cloruro cálcico	4,0
10	Zelan	2,0
	Agua	77,75
	Total	<hr/> 100,00

EJEMPLO 2

		<u>Por ciento</u>
15	Formaldehido	12,0
	Aerotex	2,0
	Glicerina	1,5
	DCY	0,25
	Catalizador AC	0,5
20	Silico-fluoruro de zinc	3,0
	Zelan	2,0
	Agua	78,75
	Total	<hr/> 100,00

25

EJEMPLO 3

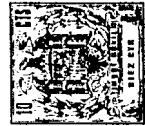
314526



	<u>Por ciento</u>
Formaldehido	12,0
Aerotex	2,0
Glicerina	1,5
DCY	0,25
Catalizador AC	2,0
Zelan	2,0
Agua	80,25
Total	<u>100,00</u>

<u>EJEMPLO N°</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>	<u>9</u>	<u>10</u>	<u>11</u>	<u>12</u>
Formaldehido	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0	12,0
Aerotex	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Glicerina	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
DCY	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Catalizador AG	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Zelan	4,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0		2,0
Acido cítrico		2,0						2,0	
Clorhidrato de piridinio			0,5						
Cloruro amónico				0,5					
Sulfato amónico					0,5		1,0		1,0
Acido monocloroacetico						1,0			
Permél B							1,5		
Agua	78,25	78,25	79,75	79,75	79,75	79,25	77,75	80,25	79,25

314520



# 314526



Los ejemplos 13 y 14 requirieron una operación en planta piloto. El tejido usado en esta operación, fue un popelín de algodón de 136 x 64, que tenía un peso de 5 m<sup>2</sup> por kilo.

	<u>EJEMPLO 13</u>	<u>EJEMPLO 14</u>
5		
	12,0	12,0
	2,0	2,0
	1,5	1,5
	0,25	0,25
10	2,0	2,5
	2,0	2,0
		1,0
	0,2	
	80,05	78,75

15

En los ejemplos 15 al 38 inclusive, un popelín de algodón de 119 cm. de ancho, 5 m. por kilo y que tenía una cuenta de 136 x 64, se trató como se describió anteriormente con las soluciones indicadas. Los valores de la acroleína en los ejemplos 15 al 30 inclusive, y los valores del butaraldehído en los ejemplos 31 al 38, inclusive, están sobre la base de acroleína y glutaraldehído del 100 % respectivamente. La dimetilol etilen urea, estaba en la forma de una solución en agua o en agua-isopropanol, que contenía 48% de sólidos de resina. La dimetilol dihidroxi etilen urea, estaba en la forma de una solución acuosa al 25 50% que contenía 50% de sólidos de resina.

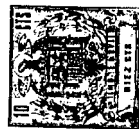
314526



EJEMPLO Nº	15	16	17	18	19	20	21	22
Formaldehido	5,0	8,0	12,0	16,0	4,0	6,0	10,0	14,0
Dimetilol etilen urea	5,0				6,0			
Dimetilol dihidroxi etilen urea		2,0	8,0			6,0		4,0
Glicerina	1,0		1,0			2,0		1,0
DCY	0,2		0,25	0,5				
Catalizador AC	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	1,0	
M. Etanol amina HCL								1,0
Zelan	2,0	2,0	2,0	2,0			2,0	
Cloruro magnésico	2,0	2,0	2,0	2,0				
Oxicloruro de zirconio							0,5	
Fosfato monomagnésico								3,0
Cloruro de metilen bis oximetil piridinio					1,0	1,0		1,5
Agua	84,3	85,5	74,25	79,0	78,0	84,0	86,5	75,5

1  
10  
1

314526



EJEMPLO N°	23	24	25	26	27	28	29	30
Acroleina	5,0	8,0	12,0	16,0	4,0	6,0	10,0	14,0
Dimetilol etilen urea	5,0				6,0			
Dimetilol dihidroxi etilen urea		2,0	8,0			6,0		4,0
Glicerina	1,0		1,0			2,0		1,0
DCY	0,2		0,25	0,5				
Catalizador AC	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	1,0	
M. Etanol amina HCL								1,0
Zelan	2,0	2,0	2,0	2,0			2,0	
Cloruro magnésico	2,0	2,0	2,0	2,0				
Oxicloruro de zirconio							0,5	
Fosfato monomagnésico								3,0
Cloruro de bis piridinio metilen bis oximetilo					1,0	1,0		1,5
Agua	84,3	85,5	74,25	79	78	84,0	86,5	75,5

314526



EJEMPLO Nº	31	32	33	34	35	36	37	38
Glutaraldehido	5,0	8,0	12,0	16,0	4,0	6,0	10,0	14,0
Dimetilol etilen urea	5,0				6,0			
Dimetilol dihidroxi etilen urea		2,0	8,0			6,0		4,0
Glicerina	1,0		1,0			2,0		1,0
DCY	0,2		0,25	0,5				
Catalizador AC	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	1,0	
M. Etanol amina HCL								1,0
Zelan	2,0	2,0	2,0	2,0			2,0	
Cloruro magnésico	2,0	2,0	2,0	2,0				
Oxicloruro de zirconio							0,5	
Fosfato monomagnésico								3,0
Cloruro de bis piridinio metilen bis oximetilo					1,0	1,0		1,5
Agua	84,3	85,5	74,25	79,00	88,00	84,00	86,5	75,5



En los ejemplos 39 a 42, inclusive, se trató una tela suave de rayón (0,13 kg. por cm<sup>2</sup>), como se describió anteriormente, en el caso del tratamiento del popelín de algodón con las soluciones de tratamiento indicadas. Como en el caso de los ejemplos del algodón, el formaldehído usado, fue una solución al 37% y los valores que se dieron para el formaldehído en aquellos ejemplos, requieren el uso de formaldehído, que representa el porcentaje de una solución de formaldehído al 37%. El glutaraldehído al 15%, en el ejemplo 40, es el porcentaje de glutaraldehído sobre la base del 100% en la solución de tratamiento.

<u>EJEMPLO Nº</u>	<u>39</u>	<u>40</u>	<u>41</u>	<u>42</u>
15		15,0		
	Glutaraldehído			
	Formaldehído	26,0	18,0	16,0
	Oxicloruro de zirconio	37,0	0,5	
	Glicerina	1,0	1,5	
	Dimetilol dihidroxietilén urea			8,0
20	DCY	1,0	0,5	0,5
	Cloruro magnésico		2,5	2,0
	Catalizador AC	1,5	1,0	1,0
	Zelan		2,0	1,0
	Agua	33,5	79,0	77,5
25				71,0

Los valores anteriores, para los constituyentes, en los ejemplos respectivos, son valores de porcentaje.

La tabla que sigue, de los resultados del ensayo, sobre los tejidos de algunos de los ejemplos anteriores

314526



res. En esta tabla, los valores para la resistencia a la tracción, se obtuvieron con el Scoot Tester ASTM Standart D 39-49. Los valores de recuperación de pliegue, se obtuvieron con el método de Monsanto, ASTM Standards D 1295-53T, American Society for Testing Materials, Filadelfia, Pa. Los índices de lavado y uso sin planchado o no necesidad de planchado se determinaron por el Método de ensayo tentativa AATCC, 88-1960, Technical Manual AATCC 1.960, Volumen 36, pág. 148. Según este procedimiento de ensayo, un valor de 5 es perfecto, y un valor de 4, es excelente.

TABLA

Ejemplo	Tracción Urdimbre	Trama	Recuperación del Pliegue Urdimbre	Trama	Indice de no necesidad de planchado Retorcido + Retorcido + escurrido arrugado	HCHO % combinado
13	64	32	115	120	4,5      4	
14	50	29	131	122	4,5      3,8	
15	48	36	116	115	2,5      3,5	0,65
17	36	25	138	140	4,5      5	1,36
20	42	32	120	125	4      4	0,82
22	36	28	130	128	4      4,5	1,15

1 23 1

314526





Estos tejidos, cuando se ensayaron para su en-  
cogimiento, por repetidos lavados, mostraron una estabili-  
dad dimensional excepcionalmente buena. Tenían, un tacto  
suave y mostraban buena resistencia al uso o desgaste, ha-  
5 ciéndoles particularmente útiles para telas para camisas,  
y otra ropa de la mejor calidad.

Se apreciará, que el presente invento, crea un  
procedimiento para tratar materiales textiles celulósicos,  
particularmente tejidos de algodón, rayón y viscosa, que  
10 tienen propiedades de lavado y uso sin planchado notable-  
mente mejoradas, buena estabilidad dimensional al lavar-  
los, un tacto suave y una buena resistencia al uso. El  
acabado, comunica a los materiales textiles resistencia  
los lavados repetidos y limpieza en seco. Este invento,  
15 también crea una solución de tratamiento para su uso, en  
el tratamiento de materiales textiles celulósicos, con el  
fin de obtener el acabado deseado al lavado y uso sin  
planchado, que requiere poco o ningún planchado y que re-  
tiene el aspecto terso, plano, no arrugado, después de se-  
20 carse.

La expresión "formaldehído" se usa en las rei-  
vindicações para incluir los polímeros de formaldehído  
y los compuestos que desprenden formaldehído en solucio-  
nes acuosas.

25 El invento incluye el tratamiento de materiales  
textiles que contienen fibras celulósicas unidas con  
otras fibras, como por ejemplo de poliéster y otras fi-  
bras sintéticas. Preferiblemente, el material textil con-  
tiene, por lo menos, el 50% de fibras celulósicas.

30 Se apreciará que este invento no debe limitarse



a la exposición hecha aquí, excepto como se indica en las reivindicaciones anexas.

5

## N O T A

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

10 1.- El procedimiento para el acabado de materiales textiles celulósicos, que comprende aplicar al material textil una solución acuosa que contiene un aldehído del grupo que consiste en formaldehído, polímeros de formaldehído que contienen no más de 6 átomos de carbono, glutaraldehído, gliosal, aldehído acrílico y aldehído metilacrílico, en una cantidad de 1% a 10% en peso, calculada como 100% de formaldehído, en el caso del formaldehído y polímeros de formaldehído, en una cantidad de 2% a 20% en peso en el caso del aldehído acrílico y aldehído metacrílico, y en cantidad de 4% a 40% en peso en el caso del glutaraldehído, y de aproximadamente 2% a 10% en peso de una mezcla catalizadora sinérgica, estando presentes 15 20 25 los componentes de dicha mezcla en cantidades aproximadamente iguales y conteniendo una sal ácida de una amina alifática primaria que tiene no más de 6 átomos de carbono, y una sal de amonio cuaternario que tiene la fórmula  $R-O-CH_2-NR^1R^2R^3 Hal$ , en la que R es un alcohol que tiene 30 de 12 a 18 átomos de carbono,  $NR^1R^2R^3$  está seleccionado

314526

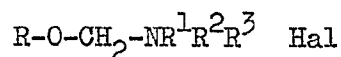


5 del grupo que consiste en aminas terciarias heterocíclicas y aminas terciarias alifáticas, conteniendo la cadena alifática de 2 a 6 átomos de carbono, y Hal es halógeno, y calentar el material textil así tratado a una temperatura de 105° a 177°C.

10 2.- El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la mezcla catalizadora contiene también de 1,5% a 2,5% en peso de un compuesto seleccionado del grupo que consta de los halogenuros, oxihalogenuros, nitratos y sulfatos de un metal de los grupos 2,3 y 4 de la Tabla Periódica y un ácido del grupo que consiste en ácido cítrico ácido acético, ácido monocloracético y ácido fórmico.

15 3.- El procedimiento para el acabado de tejidos celulósicos, que comprende impregnar los tejidos a través de un baño que contiene de 1% a 10% de formaldehído, de 0,5% a 2% de una sal ácida de una amina alifática primaria que contiene no más de 6 átomos de carbono, de 0,5% a 2% en peso de una sal de amonio cuaternario que tiene la fórmula

20



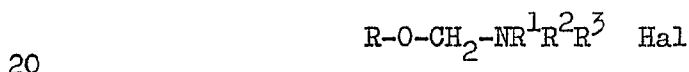
25 en la que R es un alcohilo que tiene de 12 a 18 átomos de carbono,  $NR^1R^2R^3$  está seleccionado del grupo que consiste en aminas terciarias heterocíclicas y aminas terciarias alifáticas, conteniendo la cadena alifática de 2 a 6 átomos de carbono, y Hal es un halógeno, y de 1,5% a 2,5% en peso de un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los halogenuros, oxihalogenuros, nitratos y sulfatos de un metal de los grupos 2,3 y 4 de la Tabla Periódica y  
30 un ácido del grupo que consiste en ácido cítrico, ácido



acético, ácido monocloracético y ácido fórmico para aplicar al tejido de 65% a 85% de dicha solución basado en el peso en seco del tejido, secar el tejido a una temperatura de 93° a 127°C., curar después el tejido secado a una temperatura dentro del margen de 105° a 177°C. durante 1 a 10 minutos y lavar el tejido curado para separar de él el formaldehído sin reaccionar.

4.- El procedimiento de la reivindicación 3, en el que el compuesto de amina es clorhidrato de 2-amino, 2-metil, 1-propanol y el compuesto de amino cuaternario es cloruro de estearamida metil piridinio.

5.- El procedimiento para el acabado de tejidos celulósicos, que comprende impregnar los tejidos a través de un baño que contiene de 1 a 10% de formaldehído, de 0,5% a 2% de la sal ácida de una amina alifática primaria que contiene no más de 6 átomos de carbono, de 0,5 a 2% en peso de una sal de amonio cuaternario que tiene la fórmula



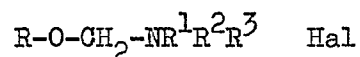
en la que R es un alcohol que tiene de 12 a 18 átomos de carbono,  $NR^1R^2R^3$  está seleccionado del grupo que consiste en aminas terciarias heterocíclicas y aminas terciarias alifáticas, conteniendo la cadena alifática de 2 a 6 átomos de carbono, y Hal es un halógeno, y de 1,5% a 2,5% en peso de un compuesto seleccionado del grupo que consiste en los halogenuros, oxihalogenuros, nitratos y sulfatos de un metal de los grupos 2 y 3 de la Tabla Periódica y un ácido del grupo que consiste en ácido cítrico, ácido acético, ácido monocloracético y ácido fórmico, de 1% a 5%

314526



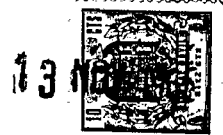
en peso de una resina de triazina urea y formaldehido, y de 0,5% a 4% en peso de glicerina para aplicar al tejido de 65% a 85% en peso de dicha solución basado en el peso en seco del tejido, secar el tejido a una temperatura de  
5 93 a 127°C., curar después el tejido secado a una temperatura dentro del margen de 105 a 177°C. durante 1 a 10 minutos y lavar el tejido curado para separar de él el formaldehido sin reaccionar.

6.- El procedimiento para el acabado de tejidos  
10 celulósicos, que comprende impregnar los tejidos a través de un baño que contiene de 1% a 10% de formaldehido, de 0,5% a 2% de una sal ácida de una amina alifática primaria que contiene no más de 6 átomos de carbono, de 0,5 a 2% en peso de una sal de amonio cuaternario que tiene la  
15 fórmula



en la que R es un alcohilo que tiene de 12 a 18 átomos de carbono,  $NR^1R^2R^3$  está seleccionado del grupo que consiste  
20 en aminas terciarias heterocíclicas y aminas terciarias alifáticas, conteniendo la cadena alifática de 2 a 6 átomos de carbono, y Hal es un halógeno, de 1% a 5% en peso de una resina de triazina urea y formaldehido, y de 0,5% a 4% en peso de glicerina para aplicar al tejido de 65 a  
25 85% de dicha solución basado en el peso en seco del tejido, secar el tejido a una temperatura de 93° a 127°C., curar después el tejido secado a una temperatura dentro del margen de 116 a 177°C. durante 1 a 10 minutos y lavar el tejido curado para separar de él el formaldehido sin reaccionar.  
30

314526



7.- El procedimiento para el acabado de materiales textiles celulósicos.

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

5

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

Madrid, 13 NOV. 1965

P. A.

Alberto de Elzaburu  
P. A.