

325597



325597

PATENTE DE INVENCION

## *Memoria Descriptiva*

*sobre*

"Procedimiento para la condensación de acetileno-mo-  
no-ureína con acrilamida".

-----

*Solicitante:* NOBEL-BOZEL, entidad francesa, residente en 67, Bou-  
levard Haussmann, Paris 8ème, Francia.

-----

La presente invención se refiere  
a perfeccionamientos en aprestos a base de acrilami-  
da y acetileno-mono ureína.

La patente española Nº 304.631, -  
5. del 16 de febrero de 1.965, ya describe un nuevo pro

325597

16 AB



ducto resultante de la reacción de una molécula de - acetileno-mono-ureína (designada en adelante con la referencia AMU) y una molécula de acrilamida (designada en adelante con la sigla AA), y adecuado para -

5. preparar aprestos de terminación de materiales texti les celulósicos. En efecto, por tratamiento con for maldehído, el producto básico arriba descrito dá de rivados metilolados (AMU/AA-m) cuya acción de apres to sobre textiles es superior a la que puede obtener se con productos de apresto conocidos, tales como la acetileno-mono-ureína dimetilolada (AMU-m).

10.

Los productos metilolados pueden ser preparados "in situ", por ejemplo por condensa ción simultánea de urea y glioxal (constituyentes de la acetileno-mono-ureína), acrilamida y formaldehído.

15. Esta preparación "in situ" puede considerarse adecua da desde el punto de vista económico-industrial por- que baja los costos de fabricación del producto AMU/ AA-m. Sin embargo, la acrilamida sigue siendo un pro ducto relativamente costoso y la cantidad utilizada en la reacción es grande, ya que se consume una molé cula-gramo de acrilamida por molécula-gramo de aceti leno-mono-ureína.

20.

De acuerdo a la presente invención,

25. se ha constatado que pueden conferirse mejores propie dades a la acetileno-mono-ureína dimetilolada (AMU-m), destinada al apresto de textiles por medio de acri la mida, aplicando ésta última en proporciones muy infe riores a una molécula-gramo de acrilamida por molécu la-gramo de AMU-m.

30.

325597



En consecuencia, el objeto de la presente invención es un producto de apresto para textiles, constituido esencialmente por acetileno-mono-ureína dimetilolada modificada por incorporación de acrilamida en una proporción menor de un mol de acrilamida por mol de acetileno-mono-ureína dimetilolada.

De acuerdo a otra característica de la presente invención, la acrilomida asociada a la acetileno-mono-ureína dimetilada puede hallarse al estado libre o combinada.

Según otra característica de esta invención, la proporción de acrilamida utilizada está comprendida convenientemente entre 0,08 y 0,1 mol por cada mol de acetileno-mono-ureína dimetilolada.

El producto de apresto según la presente invención puede ser fácilmente preparado por condensación simultánea "in situ" de urea con glicoxal (constituyentes de la acetileno-mono-ureína), condensación subsiguiente con formaldehído, y con una proporción conveniente de acrilamida, por ejemplo una proporción de  $n/10$  moléculas-gramo de acrilamida, o menos, por cada  $n$  moléculas gramo de AMU-m. Se forma así "in situ" una pequeña proporción de AMU/AA-m, y el resto de la mezcla está constituido por acetileno-mono-ureína dimetilolada (AMU-m).

De acuerdo a una forma de realización ventajosa del procedimiento de preparación del producto de apresto según la presente invención, se condensa un equivalente molecular de urea con un equi

325597

- 4 -

5 ABR.



- valente molecular de glioxal, con 0,08 a 0,1 equivalentes moleculares de acrilamida y una proporción suficiente de formaldehído para obtener la metilolación completa, más un pequeño exceso con relación a la -
5. cantidad estequiométrica, para lograr dicha metilolación total.

- De acuerdo a una variante del procedimiento de preparación de las composiciones de -
- apresto según la presente invención, se condensa un
10. equivalente molecular de urea con un equivalente molecular de glioxal, y luego con una proporción suficiente de formaldehído para obtener la metilolación completa, más un pequeño exceso con respecto a la -
15. cantidad estequiométrica para obtener dicha metilolación total. Se obtiene así una acetileno-mono-ureína dimetilolada, que se mezcla en frío, con una proporción conveniente de acrilamida, por ejemplo 0,08 a 0,1 equivalentes moleculares.

- De acuerdo a otra característica
20. de la presente invención, esta última cubre también un procedimiento de tratamiento de materiales textiles por medio de un producto de apresto del tipo -
- arriba citado, y que se caracteriza porque para fijar dicho producto de apresto se aplica un catalizador constituido por ácido glioxílico o una composición a base
25. de ácido glioxílico.

- Como ejemplo de una composición -
- ventajosamente aplicable puede citarse, además de una solución de ácido glioxílico, una mezcla de ácido glioxílico con nitrato de cinc y ácido tricloroacético, o
- 30.



composiciones análogas.

- En una forma de realización práctica del proceso de tratamiento se lleva la solución que contiene el producto de apresto activo, a la dilución deseada, agregando agua hasta disolver el catalizador y otros eventuales auxiliares. Se impregna luego el tejido con la solución así preparada y a continuación se continúa el tratamiento en la forma habitual.
- 5.
10. La invención será ilustrada a continuación en base algunos ejemplos de realización no limitativos.
- El ejemplo 1 se refiere a la preparación "in situ" de un apresto constituido por acetileno-mono-ureína dimetilolada combinada con una pequeña proporción de acrilamida.
- 15.
- El ejemplo 2 se refiere a la preparación "in situ" de un apresto constituido por acetileno-mono-ureína, dimetilolada, con una pequeña proporción de acrilamida libre.
- 20.
- El ejemplo 3 se refiere a la preparación de un apresto testigo, constituido por acetileno-mono-ureína dimetilolada.
- EJEMPLO 1
25. En 400 g (2,0 moles) de una solución de glioxal al 30%, ajustada a pH 6,1 por adición de una solución alcalina, se disuelven bajo agitación, 124 g (2,0 moles) de urea, manteniendo la temperatura entre 18 y 20°C. Se deja en reposo la preparación
30. durante 8 a 12 horas a temperatura ambiente. A la -



- solución resultante se agregan 460 g de una solución de formaldehído al 40% en volúmen (36,5% en peso) y se ajusta a pH 8,3 - 8,4 por adición de barita hidratada. La temperatura es de 18 a 20°C. Luego se
5. agregan 12,25 g (0,172 moles) de acrilamida y 4,5 g de trietanolamina. Se calienta a 60°C y se mantiene a esta temperatura durante 4 horas. El pH durante la reacción debe ser 8,3 - 8,4. Se enfría a 20°C y se neutraliza mediante una corriente de 602. El pH,
10. al final de la neutralización, es de 7,9 - 8,0. Luego se filtra. Se obtienen 1000 g de un líquido claro, prácticamente incoloro con 40% de extracto seco. Densidad: 1,17 - 1,18. Formaldehído libre 5 a 6%.

#### EJEMPLO 2

15. Se procede como en el Ejemplo 1, con la única diferencia que no se somete la acrilamida a una condensación en caliente con la dimetilol-acetileno-mono-ureína. Simplemente se agrega la acrilamida al final del proceso.

#### 20. EJEMPLO 3

Se efectúa la condensación en las condiciones indicadas en el ejemplo 1, pero en ausencia de acrilamida.

#### ENSAYOS DE TRATAMIENTO DE TEXTILES

25. Se impregna el foulard mediante una solución acuosa que contiene 125 g/litro del producto de condensación del ejemplo 1, un tejido de popelín de algodón blanqueado, de doble retorcido. Se agrega 18% en peso (es decir 18 g por 100 g de resina seca) de un catalizador de fórmula.
- 30.

325597

16 ABR



Nitrato de cinc ....	39,2 g	} Catalizador I
Acido acético .....	0,8 g	
Agua .....	60,0 g	

Luego se exprime el tejido hasta 70%. Se seca sobre cuadro a 120°C y se condensa durante tres minutos a 150°C en un túnel de secado bien ventilado.

5. La tabla I reproduce los resultados de los ensayos efectuados sobre este tejido.

La resistencia al arrugado se mide en el aparato DAM de acuerdo a las especificaciones I.T.F., similares a las de la norma AATCC 66-1959T.

10. En general, la resistencia al arrugado se expresa por el valor del ángulo remanente de un tejido previamente plegado en las condiciones fijadas por las normas.

15. Los lavados se efectúan en un lava ropas a tambor, con inversión de marcha, durante 10 minutos a 80°C. A tal efecto se usa una mezcla de jabón y carbonato de sodio.

20. La resistencia dinamométrica se mide según la norma AFNOR G 07-001. Se expresa como la fuerza necesaria para romper una probeta de tejido de 5 cm de ancho.

25. Para la resistencia al cloro se usa el aparato "Scorch Tester" según norma AATCC92-1962. Según este ensayo se tratan las muestras con hipoclorito y después del secado se calientan entre las dos placas del "Scorch Tester" a 180°C. Luego se determina la pérdida con relación a las probetas tratadas, no pasadas por el "Scorch Tester".

325597

16 ABR.



El mismo tratamiento se aplica a un tejido idéntico, por pasaje a través de un baño - con 125 g/litro de producto de condensación según el ejemplo 2.

5. Se procede en la misma forma para una tercera muestra de tejido impregnada con un baño que contiene 125 g/litro del producto de condensación del ejemplo 3.

10. Se ha efectuado la misma serie de ensayos con tres soluciones de 125 g/litro (la primera del producto del ejemplo 1, la segunda del producto del ejemplo 2 y la tercera del producto del ejemplo 3) pero usando 18% en peso de un catalizador de fórmula:

15. 

Acido glioxílico al 80% .....	3,95 g	} Catali- zador II
Solución de nitrato de cinc 40%	82,00 g	
Bé..		
Acido tricloroacético al 95% ...	3,30 g	

Los resultados de estos seis ensa-  
yos están resumidos en la siguiente tabla 1.

325597

T A B L A I

325597

16



Tipo de ensayo	Resistencia - dinamométrica (Kg) Cadena + trama	Resistencia al arrugado (Cadena + trama)		Después de 10 lavados	Ensayo con - Scorch Tester %
		Original	Después de 8 lavados		
Tejido sin tratar	117,2	192			
Producto del ejemplo 1	73	285	283	270	
Producto del ejemplo 2	74,9	274	271	252	
Producto del ejemplo 3	76,6	273	271	258	
Producto del ejemplo 1	60,6	292	292	282	- 5,4
Producto del ejemplo 2	71,0	291	286	275	0,3
Producto del ejemplo 3	72,6	287	272	266	+ 4,6

Catalizador I

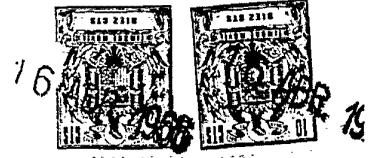
Catalizador II

325597

T A B L A I

Tipo de ensayo	Resistencia - dinamométrica (kg) Cadena + trama	Resistencia al arrugado (Ca)		
		Original	Después de 8 lavados	
Tejido sin tratar	117,2	192		
Catalizador I	Producto del ejemplo 1	73	285	283
	Producto del ejemplo 2	74,9	274	271
	Producto del ejemplo 3	76,6	273	271
Catalizador II	Producto del ejemplo 1	60,6	292	292
	Producto del ejemplo 2	71,0	291	286
	Producto del ejemplo 3	72,6	287	272

325597



Crugado (Cadena + Trama)		Ensayo con - Scorch Tester %
Después de 8 lavados	Después de 10 lavados	Original
283	270	
271	252	
271	258	
292	282	- 5,4
286	275	0,3
272	266	+ 4,6



El examen de estos resultados demuestra que la adición de acrilamida mejora las propiedades del apresto, y que para obtener el mejor efecto es necesario la condensación de la acrilamida con acetileno-mono-ureína y formaldehído. Por otra parte, se comprueba la superioridad del catalizador II sobre el catalizador I.

La resistencia de los aprestos a la hidrólisis ácido se ensaya por el siguiente método:

Los tejidos pasan por baños de 160 g/litro de derivados metilolados correspondientes a los ejemplos 1 a 3, en presencia de catalizador I ó II.

Para los enjuagues se han utilizado diversas soluciones "buffer" acuosas

pH 1,9 :	50g/l	urea
	15g/l	ácido fosfórico
pH 3:	20g/l	fosfato monosódico
		más ácido fosfórico
pH 5:	20 g/l	ácido acético concentrado
		más solución de soda.

Se trata durante 30 minutos a 80°C en dichas soluciones ácidas.

La tabla II reproduce los ángulos de desarrugado en seco de los tejidos aprestados sometidos al tratamiento ácido, así como la pérdida de inarrugabilidad considerada en % con relación a la ganancia de inarrugabilidad conferida por el apresto

325597

- 11 -



original.

$$\text{Pérdida \%} = \frac{\text{Angulo original} - \text{Angulo después del enjuague}}{\text{Angulo original} - \text{Angulo del tejido sin tratar}}$$

T A B L A II

Apresto	Producto según - ejemplo 1		Producto según - ejemplo 2		Producto según - ejemplo 3	
	Cataliza- dor I	Cataliza- dor II	Cataliza- dor I	Cataliza- dor II	Cataliza- dor I	Catali- zador II
ph Inarrugabili- dad Cadena + Tra 1,9 ma.	225	252	223	233	203	230
pérdida %	67%	46,5%	69%	61,6%	28%	62%
pH Inarrugabili- dad Cadena + Tra mã	261	272	255	266	243	261
3 pérdida %	31%	28,5%	37,5%	35,5%	43%	31%
ph Inarrugabili- dad Cadena + Tra ma	280	284	277	282	268	270
5 pérdida %	12%	10,8%	15,8%	14,7%	17,8%	15%

Se observa en general la superioridad de la condensación con acrilamida incorporada según el ejemplo I, asociada con el catalizador II.

La acción del cloro sobre los tejidos sometidos al enjuague ácido en las condiciones indicadas, ha sido ensayada según la norma AATCC 92-1962, y evaluada en el "Scorch Tester". Los resultados figuran en la tabla III.



T A B L A III

pH baño de enjuague	Producto según ejemplo 1		Producto según ejemplo 2		Producto según ejemplo 3	
	Catalizador I	Catalizador II	Catalizador I	Catalizador II	Catalizador I	Catalizador II
1,9	46	30	40	32		48
3	28	1	26	8	37	16
5	-12	3	2	-20	14	7

También en este caso se registra menor pérdida de resistencia en presencia de acrilamida y una marcada ventaja del catalizador II.

N O T A

5. 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 patente presentada en Francia con fecha 30 de abril de 1.965, bajo el número PV. 15 467, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor,
10. siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA
- 15.

325597

- 13 - 16 ABR



CONDENSACION DE ACETILENO-MONO-UREINA CON ACRILAMIDA";  
caracterizándose por lo siguiente:

5. 1ª.- Procedimiento para la condensación de acetileno-mono-ureína con acrilamida, caracterizado porque comprende el hacer reaccionar un mol de acetileno-mono-ureína dimetilolada con 0,08 a 0,1 moles de acrilamida.
10. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la acrilamida - que reacciona con la acetileno-mono-ureína dimetilolada se halla en estado libre.
15. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la acrilamida - que reacciona con la acetileno-mono-ureína dimetilolada se halla combinada.
20. 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se condensa un mol de glicosil con un mol de urea y se trata directamente el producto de condensación resultante con formaldehído, para formar el derivado dimetilolado; y luego se trata un mol de derivado dimetilolado con - 0,08 a 0,1 moles de acrilamida.
25. 5ª.- Procedimiento según la reivindicación precedente, caracterizado porque se trata el producto de condensación con una cantidad de - formaldehído ligeramente superior a la cantidad teóricamente necesaria para efectuar la metilolación de la acetileno-mono-ureína formada.
30. 6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se conden-

325597

- 14 -

16



sa un mol de glioxal con un mol de urea y un ligero exceso de formaldehído, y se agregan en frío de , - 0,08 a 0,1 moles de acrilamida.

5. 7<sup>ª</sup>.- Procedimiento para la condensación de acetileno-mono-ureína con acrilamida; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

16 ABR. 1966

Madrid,

NOBEL-BOZEL,

GOMEZ ACEBO Y MODET  
P. P. Firmado: F. Hernández Ruiz