



333516

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud  
de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 18 de Noviembre de 1.966, con el N° 333.516  
en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de DEERING MILLIKEN RESEARCH CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en P.O. Box 1927, Spartanburg, Carolina del Sur, Estados Unidos de América, por:  
"UN PROCEDIMIENTO PARA FIJAR DE UN MODO DURADERO UN TEJIDO EN UNA CONFIGURACION DESEADA"

5      Esta invención se refiere a materiales textiles (telas) que contienen fibras queratinosas que tienen tendencia a adoptar de modo duradero una configuración previamente seleccionada, y, más específicamente, a materiales textiles de lana que tienen pliegues que son resistentes a las operaciones del lavado doméstico.

Son conocidos en la técnica las prendas de vestir que tienen pliegues que son resistentes a las operaciones del lavado doméstico. Las prendas de vestir prepa



5 radas a partir de materias textiles que contienen fibras  
celulósicas, y que tienen establecidos en ellas pliegues  
que son resistentes al lavado doméstico, han encontrado  
recientemente una amplia aceptación en la industria tex-  
til. En la Patente U.S. Nº 2.974.432 se trata de prendas  
de vestir celulósicas de los tipos antes mencionados, y  
de los métodos para su preparación. No obstante, hasta  
ahora no se ha encontrado un método satisfactorio para  
la preparación de pliegues duraderos en materiales tex-  
tiles de lana, que puedan resistir las operaciones del  
lavado doméstico. Los problemas inherentes a la prepa-  
ración de materiales textiles de lana que son resisten-  
tes a las operaciones del lavado doméstico son evidentes,  
es decir, la tendencia a contraerse de los materiales tex-  
tiles de lana, así como el hecho de que las técnicas tos-  
cas de estabilización destruyen el tacto y otras propie-  
dades estéticas, responsables del hecho de que la lana  
sea un material textil de especial calidad. Se ha conse-  
guido un cierto grado de éxito preparando mezclas de fi-  
bras termoplásticas y fibras de lana por medio de un pren-  
sado del material textil a temperaturas próximas al punto  
de fusión de la fibra termoplástica. Aun cuando estos pro-  
cedimientos producen un pliegue que tiene un cierto gra-  
do de resistencia a las operaciones del lavado doméstico,  
esta operación de fijación o preparación destruye el tacto  
y los efectos superficiales deseables del material textil.

Por lo tanto, es un objeto de esta invención  
proporcionar un procedimiento para la preparación de un  
material textil que contiene fibras queratinosas, y que  
tiene tendencia a adoptar de un modo duradero una confi-



guración previamente escogida, siendo la configuración previamente seleccionada resistente a las operaciones del lavado doméstico.

5           Es otro objeto de esta invención proporcionar un procedimiento para la preparación de un material textil que contiene fibras queratinosas de lana pura, que tiene tendencia a adoptar de un modo duradero una configuración previamente seleccionada, siendo resistente la configuración previamente seleccionada a las operaciones del lavado doméstico.

10           Otro objeto más de esta invención es proporcionar un material textil que contiene fibras queratinosas, que tiene tendencia a adoptar de un modo duradero una configuración seleccionada previamente, siendo resistente la configuración previamente seleccionada a las operaciones del lavado doméstico.

15           Según esta invención, se ha descubierto ahora que puede obtenerse un material textil que contiene fibras queratinosas, y que tiene una configuración previamente seleccionada que es resistente a las operaciones del lavado doméstico, por medio de un procedimiento de varias operaciones que implican la estabilización exterior de la fibra queratinosa, la modificación interior de la fibra queratinosa, y la fijación permanente de la fibra queratinosa modificada interiormente en su configuración final. Las configuraciones previamente seleccionadas que se estudian en la Memoria son frunces, pliegues, y efectos del tejido o textura, tales como el tejido o textura granulada y similares.

25           La estabilización exterior de la fibra queratinosa se lleva a cabo preferiblemente por medio de un



reactivo químico que es capaz de reaccionar con la queratina de forma que produce nuevos enlaces. Ha de entenderse, sin embargo, que la estabilización exterior de la fibra queratinosa también puede realizarse recubriendo las fibras con una composición de recubrimiento no reactiva, para fijar las fibras en la configuración deseada por medio de las fuerzas mecánicas ejercidas por el recubrimiento. Aunque el medio de estabilización exterior preferido es un medio de un tipo que produce nuevos enlaces químicos reaccionando con una fibra de queratina, el único requisito previo para este tipo de reactivo es que al menos algunos de los nuevos enlaces químicos se formen en la superficie de la fibra queratinosa; es decir, pueden formarse enlaces químicos interiormente y exteriormente, pero algunos enlaces al menos han de formarse en la superficie de la fibra. Se ha comprobado que los sistemas que son especialmente adecuados para la estabilización exterior de esta invención son la polimerización interfacial, tal como la polimerización interfacial de polihexametileno sebacato; los tratamientos con terpolímeros reactivos basados en monómeros de tipo vinílico, los tratamientos con composiciones de poliepóxidos-poliaminas, los tratamientos con dispersiones coloidales ácidas de melamina y formaldehído, los tratamientos con dispersiones coloidales ácidas de melamina y formaldehído, los tratamientos con poliuretanos reactivos, y los tratamientos con emulsiones de ciertos ésteres acrílicos, tales como, por ejemplo, el polimetilmetacrilato, polietilmetacrilato, polipropilmetacrilato y polibutilmetacrilato.

Los agentes estabilizantes exteriores más prefe-



ridos para los fines de esta invención son los productos de reacción de isocianato. Entre los productos de reacción de isocianatos que pueden emplearse se encuentran los productos de reacción de isocianatos seleccionados de dos categorías generales, la primera de las cuales es un uretano preparado a partir de un isocianato polifuncional y un compuesto polihidroxiado polimérico, y la segunda de las cuales es el producto de reacción de un isocianato polifuncional y compuesto polifuncional polimérico seleccionado del grupo que consta de poliésteres, poliamidas, poliepóxidos, y los productos de reacción del fenol y óxidos de alcanol, resinas de formaldehído, productos de hidrogenación de copolímeros de olefinas-monóxido de carbono, y poliepihalohidrininas. Ha de entenderse que los productos de reacción de isocianatos pueden aplicarse al material textil en forma de una única disolución en forma de prepolímero, o en aplicaciones separadas de dos operaciones, y después la aplicación del isocianato in situ.

En la Memoria, "pre-polímero" quiere decir los productos de reacción del isocianato polifuncional y el segundo compuesto polimérico preseleccionado, llevada a cabo hasta un grado inferior a aquél en que se forma una gelatina que es insoluble en uno de los disolventes orgánicos para cada uno de los dos componentes de la reacción, y particularmente los hidrocarburos clorados.

Entre los isocianatos adecuados que pueden emplearse según esta invención, se incluyen los arildisocianatos, tales como el 2,4-tolueno diisocianato, 2,6-tolueno diisocianato, 4,4'-difenilmetano diisocianato, -p-fenileno diisocianato, 1,5-naftileno diisocianato, m-fenileno di-



socianato, difenil-4,4'-diisocianato, azobenceno-4,4'-diisocianato, difenilsulfona-4,4'-diisocianato, 1-isopropilbenceno-3,5-diisocianato, 1-metil-fenileno-2,4-diisocianato, naftileno-1,4-diisocianato, difenil-4,4'-diisotiocianato y diisocianato, benceno-1,2,4-triisotiocianato, 5-nitro-1,3-fenileno diisocianato, xilileno-1,4-diisocianato, xilileno-1,3-diisocianato, 4,4'-difenilenometano diisocianato, 4,4'-difenilenopropano diisocianato, y xilileno-1,4-diisotiocianato, y similares; los diisocianatos alicíclicos, tales como el dicitclohexametano-4,4'-diisocianato y similares; los alcoholeno diisocianatos, tales como el tetrametileno diisocianato, hexametileno diisocianato y similares, así como sus mezclas, e incluyendo los isotiocianatos equivalentes. De estos compuestos se prefieren los aril-  
diisocianatos por su solubilidad y disponibilidad.

Isocianatos adicionales incluyen los polimetileno diisocianatos y diisotiocianatos, tales como el etileno diisocianato, el dimetileno diisocianato, dodecametileno diisocianato, hexametileno diisocianato, tetrametileno diisocianato, pentametileno diisocianato, y los correspondientes diisotiocianatos; los alcoholeno diisocianatos y diisotiocianatos, tales como el propileno-1,2-diisocianato, 2,3-dimetiltetrametileno diisocianato y diisotiocianato, butileno-1,2-diisocianato, butileno-1,3-diisotiocianato y butileno-1,3-diisocianato; los alcoholideno diisocianatos y diisotiocianatos, tales como el etilideno diisocianato  $(CH_3CH(NCO)_2)$  y heptilideno diisotiocianato  $(CH_3(CH_2)_5CH(NCO)_2)$ ; los cicloalcoholideno diisocianatos y diisotiocianatos, tales como el 1,4-diisocianatociclohexano, ciclo-pentileno-1,3-diisocianato y el ciclohexileno-1,2-diisocianato



tiocianato; los poliisocianatos y poliisotiocianatos aromáticos, tales como los diisocianatos y diisotiocianatos alifático-aromáticos tales como el feniletileno diisocianato ( $C_5H_6CH(NCO)CH_2NCO$ ), los diisocianatos y diisotiocianatos que contienen heteroátomos, tales como el  $SCNCH_2OCH_2NSC$ , el  $SCNCH_2CH_2OCH_2CH_2NSC$  y el  $SCN(CH_2)_3-S-(CH_2)_3NSC$ ; el 1, 2,3,4-tetraisocianatobutano, el butano-1,2,2-triisocianato; el toluileno-2,4,6-triisocianato, toluileno-2,3,4-triisocianato, el benceno-1,3,5-triisocianato, el benceno-1,2,3-triisocianato, el 1-isocianato-4-isotiocianatohexano, y el 2-cloro-1,3-diisocianatopropano.

Los diisocianatos, diisotiocianatos e isocianatos-isotiocianatos mixtos preferidos tienen la fórmula general  $ZCN-R-NCZ$ , en la que R es un radical de hidrocarburo divalente, preferiblemente arilo, y Z es un calcógeno de peso atómico inferior a 33. Por su disponibilidad, se prefiere el toluileno-2,4-diisocianato.

"Compuesto polihidroxiado polimérico" quiere decir un polímero lineal de cadena larga que tiene grupos hidroxilos terminales, incluyendo compuestos hidroxilados poliméricos polifuncionales y ramificados, tales como los que se indican más adelante. Entre los compuestos polihidroxiados poliméricos adecuados se incluyen los poliéter polioles tales como los polialcoholenoéter glicoles, y los polialcoholenoarilenoéter-tioéter glicoles y los polialcoholenoéter trioles. Se prefieren los polialcoholenoéter glicoles y trioles. Si se desea, pueden emplearse mezclas de estos polioles.

Los polialcoholenoéter glicoles pueden representarse por la fórmula  $HO(RO)_nH$ , en la que R es un radical alcoholeno, que no necesita necesariamente ser el mismo



en cada caso y  $n$  es un número entero. Los glicoles representativos incluyen el polietilenoéter glicol, polipropileno éter glicol, politrimetilenoéter glicol, politetrametilenoéter glicol, polipentametilenoéter glicol, polideca-  
5 metilenoéter glicol, politetrametilenoformal glicol y poli-1,2-dimetiletilenoéter glicol. Si se desea, pueden emplearse mezclas de dos o más polialcoholenoéter glicoles.

Los polialcoholenoéter trioles representativos  
10 se preparan haciendo reaccionar uno o más óxidos de alcoholeno con uno o más trioles alifáticos de bajo peso molecular. Los óxidos de alcoholeno que se emplean más comúnmente tienen pesos moleculares entre aproximadamente 44  
y 250. Son ejemplos: el óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno; 1,2-epoxitubano; 1,2-epoxihexano;  
15 1,2-epoxioctano; 1,2-epoxihexadecano; 2,3-epoxibutano; 3,4-epoxihexano; 1,2-epoxi-5-hexeno, y 1,2-epoxi-3-butano, y similares. Se prefieren los óxidos de etileno, propileno y butileno. Además de las mezclas de estos óxidos, puede  
20 haber presentes cantidades muy pequeñas de óxidos de alcoholeno con sustituyentes cíclicos, tales como el óxido de estireno, óxido de ciclohexeno, 1,2-epoxi-2-ciclohexilpropano, y óxido de alfa-metilestireno. Los trioles alifáticos más comúnmente empleados tienen pesos moleculares  
25 entre aproximadamente 92 y 250. Son ejemplos la glicerina, el 1,2,6-hexanotriol, 1,1,1-trimetilolpropano; 1,1,1-trimetiloletano; 2,4-dimetilol-2-metilol-pentanodiol-1,5, y el trimetiléter del sorbitol.

Los ejemplos representativos de los polialcoholenoéter trioles incluyen: el polipropilenoéter triol  
30



(p. molec.700), preparado haciendo reaccionar 608 partes de 1,2-propilenoóxido con 92 partes de glicerina; el polipropilenoéter triol (p. molec. 1535) preparado haciendo reaccionar 1401 partes de 1,2-propilenoóxido con 134 partes de trimetilolpropano; el polipropilenoéter triol (p. molec. 2500) preparado haciendo reaccionar 2366 partes de 1,2-propilenoóxido con 134 partes de 1,2,6-hexanotriol; y el polipropilenoéter triol (p. molec. 6000) preparado haciendo reaccionar 5866 partes de 1,2-propilenoóxido con 134 partes de 1,2,6-hexanotriol.

Otros politrioles adecuados comprenden los polioxi propileno trioles, polioxibutileno trioles, los trioles Niox de la Union Carbide IG 56, IG42, IG112 y similares; el Triol G-4000 de la Jefferson Chemical, y similares; el Actol 32-160 de la National Aniline y similares.

Los polialcoholeno-arilenoéter glicoles son similares a los polialcoholenoéter glicoles, excepto en que hay presentes algunos radicales arileno. Los radicales arileno representativos incluyen los radicales fenileno, naftaleno y antraceno, que pueden estar sustituidos con varios sustituyentes, tales como grupos alcoholilo. En general, en estos glicoles ha de haber al menos un radical de alcoholenoéter con un peso molecular de aproximadamente 500 por cada radical de arileno que hay presente.

Los polialcoholenoéter-tioéter glicoles y los polialcoholenoarilenoéter glicoles son similares a los poliéter glicoles antes descritos, excepto en que algunos de los átomos de oxígeno del grupo éter están sustituidos por átomos de azufre. Estos glicoles pueden prepararse de modo conveniente condensando conjuntamente varios glicoles, tales como el tiodiglicol, en presencia de un catalizador, tal como el ácido p-toluenosulfónico.



"Compuesto polifuncional polimérico" quiere decir un polímero de cadena larga de los tipos explicados, que contiene por lo menos dos grupos que tienen al menos un átomo de hidrógeno activo, determinado por el método de Zerewitinoff. En el procedimiento de esta invención, pueden emplearse compuestos tales como poliésteres, poliamidas, poliepóxidos, productos de reacción de fenoles y óxidos de alcoholeno, resinas de formaldehído, productos de hidrogenación de copolímeros de olefinas-monóxido de carbono, y poliepihalohidríneas.

Los poliésteres adecuados para su empleo según esta invención son muy conocidos, y se preparan generalmente llevando a cabo una reacción de condensación entre un exceso de compuesto polihidroxiado monomérico o polimérico y un poliácido, o esterificando un ácido sustituido con un grupo hidroxilo y un alcohol polivalente.

Entre los ácidos adecuados se incluyen los alcanos ácidos divalentes, los alquenos ácidos divalentes, los cicloalquenos ácidos divalentes, los cicloalcanoácidos divalentes, los arílicos divalentes, o cualquiera de los tipos precedentes, en los que el radical de hidrocarburo está sustituido con un radical alcohilo, alqueno, cicloalcohilo, cicloalqueno o arilo.

Los ácidos carboxílicos divalentes representativos que pueden emplearse para la reacción con los polioles, en la preparación de los poliésteres que se emplean según esta invención, incluyen los siguientes: ácidos succínicos, monometil succílico, glutárico, adípico, pimélico, subérico, azelaico, sebácico, brasílico, tápsico, 6-oxoundecanodioico, octadecanodioico, ácido 8-octadecanodioico,



5 ácido eicosanodioico, ácido 6,8-octadecadienodioico, ácido  
málico, y similares. Otros ácidos son: los ácidos no satu-  
rados tales como el maleico, fumárico, glutacónico e ita-  
cónico; los ácidos cicloalcanodicarboxílicos, tales como  
10 el ciclopentano-1,2-dicarboxílico y ciclopentano-1,3-di-  
carboxílico; los ácidos dicarboxílicos aromáticos, tales  
como el ftálico, isoftálico, terftálico, naftaleno-1,2-di-  
carboxílico, naftaleno-1,3-dicarboxílico, naftaleno-1,4-  
dicarboxílico, naftaleno-1,5-dicarboxílico, naftaleno-1,8-  
dicarboxílico, difenil-2,2'-dicarboxílico, difenil-4,4'-  
dicarboxílico y difenil-2,4'-dicarboxílico; y los ácidos  
dicarboxílicos alifático-aromáticos, tales como el ácido  
15 2,6-dimetilbenceno-1,4-dicarboxílico y el ácido 4,5-dimetil-  
benceno-1,2-dicarboxílico, y similares. Los productos na-  
turales que son particularmente útiles incluyen el aceite  
de ricino, que comprende un glicérido del ácido ricinolei-  
co y alcohol ricinoleílico, y sus mezclas.

Los polioles monoméricos representativos, para  
reaccionar con los ácidos anteriores para la producción  
20 de los poliésteres que se emplean según esta invención,  
incluyen los polialcoholenoéter glicoles representados  
por la fórmula  $HO(RO)_nH$ , en la que R es un radical alcohili-  
leno que no necesita ser necesariamente el mismo en cada  
caso, y n es un número entero. Los glicoles representati-  
25 vos incluyen el polietilenoéter glicol, polipropilenoéter  
glicol, politrimetilenoéter glicol, politetrametilenoéter  
glicol, polipentametilenoéter glicol, polidecametilenoéter  
glicol, politetrametilenoformal glicol, y poli-1,2-dimetil-  
etilenoéter glicol. Si se desea, pueden emplearse mezclas  
30 de dos o más polialcoholenoéter glicoles.



Los polialcoholenoéter trioles representativos se preparan haciendo reaccionar uno o más óxidos de alcoholeno con uno o más trioles alifáticos de bajo peso molecular. Los óxidos de alcoholeno más empleados comúnmente tienen pesos moleculares entre aproximadamente 44 y 250. Son ejemplos: el óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de butileno, 1,2-epoxibutano, 1,2-epoxihexano, 1,2-epoxioctano, 1,2-epoxihexadecano, 2,3-epoxibutano, 3,4-epoxihexano, 1,2-epoxi-5-hexeno, y 1,2-epoxi-3-butano, y similares. Se prefieren los óxidos de etileno, propileno y butileno. Además de las mezclas de estos óxidos, pueden haber presentes cantidades muy pequeñas de óxidos de alcoholeno que tienen sustituyentes cíclicos, tales como el óxido de estireno, óxido de ciclohexeno, 1,2-epoxi-2-ciclohexilpropano, y óxido de alfa-metilestireno. Los trioles alifáticos más empleados corrientemente tienen pesos moleculares entre aproximadamente 92 y 250. Son ejemplos: la glicerina; el 1,2,6-hexanotriol, 1,1,1-trimetilpropano; 1,1,1-trimetilolefano; 2,4-dimetilol-2-metilol-pentanodiol-1,5, y el trimetiléter del sorbitol.

Los ejemplos representativos de los polialcoholenoéter trioles incluyen: el polipropilenoéter triol (p. molec. 700) preparado haciendo reaccionar 608 partes de 1,2-propilenoóxido con 92 partes de glicerona; el polipropilenoéter triol (p. molec. 1535) preparado haciendo reaccionar 1401 partes de 1,2-propilenoóxido con 134 partes de trimetilolpropano; el polipropilenoéter triol (p. molec. 2500) preparado haciendo reaccionar 2366 partes de 1,2-propilenoóxido con 134 partes de 1,2,6-hexanotriol; y el polipropilenoéter triol (p. molec. 6000) preparado haciendo reaccionar 5866 partes de 1,2-propilenoóxido con 134 partes de 1,2,6-hexanotriol.





5 en la que "alcohileno" significa un radical alifático saturado divalente que tiene al menos 2 átomos de carbono, y preferiblemente no más de 5 átomos de carbono;  $\underline{x}$ ,  $\underline{y}$  y  $\underline{z}$  son números enteros, y la suma de  $\underline{x}$ ,  $\underline{y}$  y  $\underline{z}$  es de 3 a 10, y preferiblemente de 3 a 6; al menos dos de los grupos  
10 --- (alcohileno-O)- $\underline{x,y,z}$ H contiene grupos hidroxílicos alcohólicos primarios, y R es un grupo alcohilo grande que contiene desde 10 a 25 átomos de carbono; y (2) alco-  
15 holos polivalentes que contienen sólo carbono, hidrógeno y óxígeno, y los alcoholes polivalentes de (1) y (2) se emplean en proporciones tales que (1) aporta de 1 a 15 grupos de OH alcohólicos por cada 10 grupos alcohólicos OH aportados por (2).

15 Los poliepóxidos empleados según la invención son compuestos orgánicos que tienen al menos dos grupos epoxidados por molécula, y pueden ser saturados o no saturados, alifáticos, cicloalifáticos, aromáticos o heterocíclicos, y pueden estar sustituidos con sustituyentes que no interfieran, tales como grupos hidroxílicos, radicales  
20 éteres, y similares. Los poliepóxidos que contienen grupos éter, denominados generalmente poliepóxido poliésteres, pueden prepararse, como es sabido en la técnica, haciendo reaccionar un poliol con un epóxido que contiene halógeno, empleando al menos 2 moles del epóxido que contiene haló-  
25 geno por mol de poliol. Así, por ejemplo, puede hacerse reaccionar epiclorhidrina con un fenol polivalente en un medio alcalino. En otra técnica, el epóxido que contiene halógeno se hace reaccionar con un alcohol polivalente, en presencia de un catalizador que actúa como ácido, tal  
30 como el ácido fluorhídrico o el trifluoruro de boro, y el producto se hace reaccionar después con un compuesto al-



calino, para efectuar una deshidrohalogenación. Un ejemplo preferido del epóxido que contiene halógeno es la epíclorhidrina; otros son la epibromhidrina, la epiyodhidrina, el 3-cloro-1,2-epoxibutano, el 3-bromo-1,2-epoxihexano, y el 3-cloro-1,2-epoxioctano. Ejemplos ilustrativos de los poliepóxido poliéteres son los siguientes:

1,4-bis(2,3-epoxipropoxi)benceno; 1,3-bis(2,3-epoxipropoxi)-benceno; 4,4'-bis(2,3-epoxipropoxi)difeniléter; 1,8-bis(2,3-epoxipropoxi)octano; 1,4-bis(2,3-epoxipropoxi)ciclohexano; 4,4'-bis(2-hidroxi-2,4-epoxibutoxi)difenildimetilmetano; 1,3-bis(4,5-epoxipentoxi)-5-clorobenceno; 1,4-bis(3,4-epoxibutoxi)-2-clorohexano; diglicidil tioéter; diglicidil éter; etileno glicol diglicidil éter; propileno glicol diglicidil éter; dietileno glicol diglicidil éter; resorcinol diglicidil éter; 1,2,3,4-tetraquis(2-hidroxi-3,4-epoxibutoxi)butano; 2,2-bis(2,3-epoxipropoxifenil)propano; glicerina triglicidil éter; manitol tetraglicidil éter; pentaeritritol tetraglicidil éter; sorbitol tetraglicidil éter; glicerina diglicidil éter; etc. Es evidente que los poliepóxido poliéteres pueden contener o no grupos hidroxilo, dependiendo fundamentalmente de las proporciones empleadas de epóxido que contiene halógeno y de poliol. Los poliepóxido poliéteres que contiene grupos polihidroxiados pueden prepararse también haciendo reaccionar, de una forma conocida, un alcohol polivalente o un fenol polivalente con un poliepóxido en un medio alcalino. Son ejemplos ilustrativos el producto de reacción de la glicerina y el diglicidil éter, el producto de reacción del sorbitol y el bis(2,3-epoxi-2-metilpropil)éter, el producto de reacción del pentaeritritol y el 1,2,3,5-diepoxi pentano, el

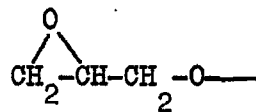


5 producto de reacción del 2,2-bis(parahidroxifenil)-propano y el bis(2,3-epoxi-2-metilpropil)éter, el producto de reacción del resorcinol y el éter diglicídico, el producto de reacción del catecol y el diglicídil éter, y el producto de reacción del 1,4-dihidroxi-ciclohexano y el diglicídil éter.

10 Pueden emplearse poliepóxidos que no contienen grupos éteres, como por ejemplo el 1,2,5,6-diepoxihexano; el dióxido de butadieno (o sea, el 1, 2,3,4-diepoxibutano), el dióxido de isopreno; el dióxido de limoneno.

15 Para su empleo según la invención, se prefieren los poliepóxidos que contienen grupos éteres, esto es, los poliepóxido poliéteres. Más particularmente, se prefiere emplear los poliepóxido poliéteres de la clase de glicídil poliéteres de alcoholes polivalentes, o glicídil poliéteres de fenoles polivalentes. Estos compuestos pueden considerarse como derivados de un alcohol polivalente o un fenol polivalente, por eterificación con dos grupos glicídilo al menos:

20



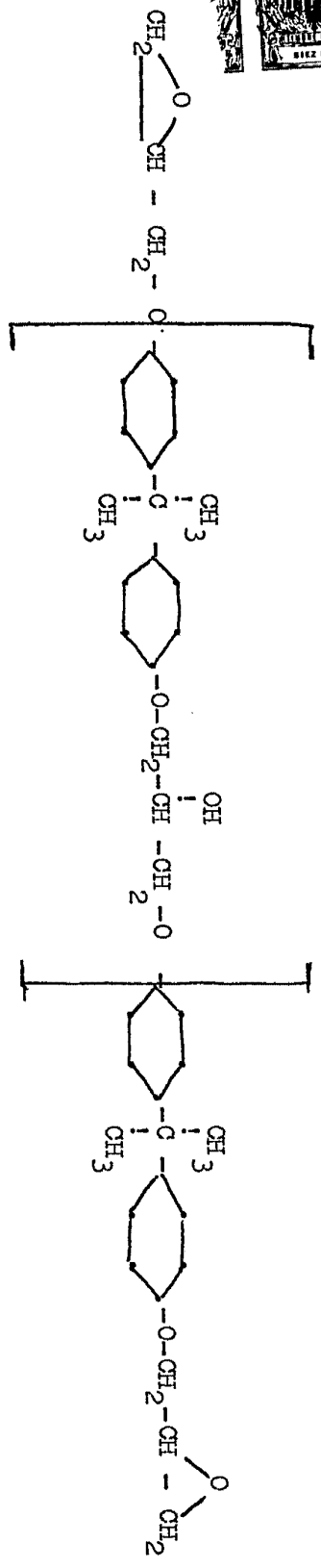
25

30

La mitad de alcohol o fenol puede eterificarse completamente, o puede contener grupos hidroxilo residuales. Ejemplos típicos de compuestos de esta categoría son los glicídil poliéteres de la glicerina, glicol, dietileno, glicol, 2,2-bis(parahidroxifenil)propano, o cualquiera de los demás polioles indicados anteriormente en la Memoria como útiles para su reacción con los epóxidos que contienen halógeno. Muchos de los glicídil poliéteres especificados derivados de estos polioles se indican anteriormente. En-



tre los glicidil poliéteres, son particularmente preferidos los derivados del 2,2-bis(parahidroxifenil)propano y los derivados de la glicerina. Los compuestos derivados del primero de estos polioles tienen la estructura:





5 en la que  $n$  varía entre cero y aproximadamente 10, que  
corresponde a un peso molecular de desde aproximadamente  
350 a 8.000. De esta clase de poliepóxidos, se prefiere  
emplear aquellos compuestos en los que  $n$  tiene un valor  
bajo, o sea, inferior a 5, y más preferiblemente si  $n$  es  
cero.

10 En el comercio, a los poliepóxido poliéteres  
se les denomina convencionalmente resinas epoxídicas, aun  
cuando los compuestos no son técnicamente resinas en el  
estado en que se venden y se emplean, porque son de peso  
molecular relativamente bajo, y por lo tanto no tienen  
propiedades resinosas como tales. Solamente se forman  
verdaderas resinas cuando los compuestos se curan. Así  
pues, se encontrará que los catálogos de los fabricantes  
15 denominan convencionalmente resinas epoxídicas a productos  
de peso molecular relativamente bajo, tales como el digli-  
cidil éter del 2,2-bis(parahidroxifenil)propano, el éter  
diglicídílico de la glicerina, y poliepóxido poliéteres  
similares que tienen pesos moleculares sustancialmente  
20 inferiores a 1.000.

Está dentro del objeto de la invención el em-  
plear mezclas de diferentes poliepóxidos. Realmente, se  
ha comprobado que se consiguen resultados especialmente  
deseables empleando mezclas de dos poliepóxidos disponi-  
25 bles en el comercio, siendo uno de ellos esencialmente  
un diglicidil éter de la glicerina, y siendo esencialmente  
el otro un diglicidil éter de 2,2-bis(parahidroxifenil)pro-  
pano. Para conseguir este resultado, son particularmente  
preferidas las mezclas que contienen más de 1 y menos de  
30 10 partes en peso del diglicidil éter de la glicerina por



cada parte en peso del diglicidil éter del 2,2-bis(para-hidroxifenil)propano.

Las poliamidas empleadas según la invención son las derivadas de poliaminas y ácidos polivalentes. Los métodos para preparar estas poliamidas por condensación de poliaminas y ácidos policarboxílicos son muy conocidos en la técnica. Se pueden preparar poliamidas que contienen grupos amínicos libres o grupos de ácido carboxílico libres, o ambos grupos, amínicos y de ácido carboxílico, libres. Las poliamidas pueden derivarse de poliaminas tales como la etileno diamina, dietileno triamina, trietileno tetraamina, tetraetileno pentamina, 1,4-diamino butano, 1,3-diamino butano, hexametileno diamina, 3-(N-isopropilamino)propilamina, 3,3'-imino-bispropilamina, y similares. Los ácidos policarboxílicos típicos que pueden condensarse con las poliaminas para formar poliamidas son el ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido aze-laico, ácido sebácico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido beta-metil adípico, ácido 1,2-ciclohexano dicarboxí-lico, ácido malónico, ácidos grasos polimerizados, y si-milares. Según los constituyentes de amina y de ácido y las condiciones de condensación, las poliamidas pueden tener pesos moleculares que varían aproximadamente desde 1.000 hasta 10.000, y puntos de fusión desde aproximadamente 20 a 200°C. Para los fines de esta invención son particu-larmente preferidas las poliamidas derivadas de poliaminas alifáticas y ácidos grasos poliméricos. Las poliamidas deri-vadas de poliaminas alifáticas y ácidos grasos poliméricos. Estos productos se describen, por ejemplo, por Cowan, y otros, en la Patente U.S. Nº 2.450.940. De estas poliamidas, son



típicas las preparadas condensando etileno diamina o dietileno triamina con ácidos grasos poliméricos producidos por la polimerización de aceites secantes o semisecantes, o los ácidos libres, o los ésteres de alcoholes alifáticos simples de estos ácidos. Los ácidos grasos poliméricos pueden derivarse típicamente, de aceites tales como los de soja, linaza, madera, perilla, oiticica, semilla de algodón, maíz, tall, girasol, cártamo, y similares. Como es sabido, en la polimerización los ácidos grasos no saturados se combinan para producir una mezcla de ácidos poliméricos divalentes y superiores a divalentes. Usualmente, la mezcla contiene una proporción principal de ácidos dimericos, con cantidades inferiores de ácidos triméricos y poliméricos superiores, y algún ácido monomérico residual. Son particularmente preferidas las poliamidas de bajo punto de fusión (20-90°C aproximadamente), que pueden producirse calentando conjuntamente una poliamina alifática, tal como la dietilenotriamina, trietileno tetramina, 1,4-diaminobutano, 1,3-diaminobutano, y similares, con los ácidos grasos polimerizados. Entre éstas, es típica una poliamida derivada de la dietileno triamina y de los ácidos grasos de soja dimerizados. Las poliamidas derivadas de poliaminas alifáticas y ácidos grasos polimerizados, como los poliepóxidos, se denominan frecuentemente en el comercio resinas, aun cuando no son realmente resinas en el estado en que se venden y se aplican. Se obtienen resultados particularmente buenos empleando las poliamidas de bajo peso molecular, no formadoras de fibras, que se venden con la marca de fábrica de Versamidas.

Puede emplearse cualquier producto adecuado de



condensación de un fenol y un óxido de alcoholeno, como por ejemplo el producto de condensación de cresol 6 4,4'-isopropilidenodifenol con uno de los óxidos de alcoholeno antes mencionados.

5                    Puede emplearse cualquier resina de formaldehido adecuada, como por ejemplo, el producto de condensación del formaldehido per se, o un compuesto capaz de producir formaldehido, como por ejemplo el paraformaldehido o sus productos de reacción, con los productos de con-  
10                    densación de óxidos de alcoholeno, para preparar compuestos de polioximetileno que tienen grupos hidroxilo terminales.

                   Puede utilizarse cualquier producto adecuado de hidrogenación de los copolímeros de olefinas-monóxido de carbono, como por ejemplo el producto de hidrogenación  
15                    de un copolímero de etileno-propileno-monóxido de carbono, y otros que se exponen en la Patente U.S. Nº 2.839.478, concedida a Wilms y otros el 17 de junio de 1.958, y en la Patente U.S. Nº 2.495.292, concedida a Scott, el 24 de Enero de 1.950.

20                    En el procedimiento de esta invención, se prefiere hacer reaccionar los isocianatos polifuncionales y el compuesto polifuncional polimérico, o el isocianato polifuncional y el compuesto polihidroxilado polimérico, según sea el caso, con o sin un correaccionante, y bloquea-  
25                    dos o no bloqueados con las fibras queratinosas en presencia de un catalizador. Puede emplearse cualquiera de los catalizadores conocidos para la reacción de átomos de hidrógeno activos con isocianatos. De estos catalizadores que se emplean en la producción de poliuretanos, se pre-  
30                    fieren los compuestos de órgano-estaño, y particularmente



el octoato estannoso.

5 Los varios sistemas de productos de reacción de isocianatos explicados anteriormente han de aplicarse al material textil que contiene fibras queratinosas en forma de una disolución, empleándose en la disolución un disolvente no reactivo. Tal como se emplea en la Memoria, "no reactivo" quiere decir un disolvente en el que está sustancialmente inhibida la reactividad entre el isocianato y los componentes que contienen hidrógeno activo, incluso en presencia de un catalizador. Puede haber presentes pequeñas cantidades de disolventes reactivos, siempre que la cantidad presente sea suficientemente baja como para no hacer precipitar una cantidad sustancial de los componentes con los que se hace reaccionar. Es decir, quedan 10 suficientes componentes que reaccionan con las fibras de queratina para proporcionar la adecuada inhibición de la contracción y/o capacidad de estabilización en el material textil u otra estructura que se esté tratando.

15 Los disolventes orgánicos adecuados incluyen los hidrocarburos halogenados tales como el tricloroetileno, cloruro de metileno, percloroetileno, dicloruro de etileno, cloroformo y similares; los disolventes aromáticos tales como el tolueno, benceno, xileno, compuestos aromáticos mixtos, tales como los tipos Solvesso y los similares, el acetato de n-butilo, n-butil éter, fosfato de n-butilo, p-dioxano, oxalato de etilo, metil isobutil cetona, 25 piridina, quinoleno, N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida, 2,2,4-trimetilpentano, y similares. Pueden emplearse mezclas de disolventes.

30 La modificación interna de las fibras queratinosas se lleva a cabo preferiblemente por medio de un reactivo

15



químico, que tiene la capacidad de romper temporalmente los enlaces poliméricos de la estructura de la queratina, dejando después que estos enlaces se vuelvan a formar cuando la fibra queratinosa está en la configuración deseada. El reactivo químico preferido para llevar a cabo la escisión y nueva formación antes mencionada de los enlaces poliméricos, es un agente reductor. La reacción que parece tener lugar al estabilizarse las fibras queratinosas en la nueva forma, es la modificación del enlace de cistina y la modificación de uniones de hidrógeno de las fibras queratinosas, habiéndose escindido previamente los enlaces y uniones por contacto con el agente reductor. Los enlaces de cistina se escinden y se vuelven a unir para formar al menos algunas de las uniones de disulfuro. Aunque las fibras queratinosas permanecen sustancialmente inalteradas desde el punto de vista químico por las operaciones de reducción y oxidación, aparentemente tiene lugar cierta reordenación de los enlaces de cistina, juntamente con algunos cambios en las uniones de hidrógeno. Estos cambios en la posición de los enlaces de cistina, y los cambios en las uniones de hidrógeno, producen una fibra modificada. La modificación de la fibra da a las fibras queratinosas individuales de esta invención su estabilización interna, lo que da como resultado un material textil estabilizado a los cambios dimensionales y de acabado.

Ha de entenderse que el fin perseguido de romper los enlaces característicos de la queratina, y volver a formar los enlaces cuando la fibra tiene la configuración geométrica deseada, puede conseguirse empleando vapor de agua. No obstante, cuando se desea una estabilización máxima de las fibras queratinosas, ha de emplearse un



agente reductor, seleccionado entre los agentes reductores adecuados. Están incluidos los sulfuros de alcohol inferior y amina, tales como el sulfito de monoetanolamina y los sulfitos de isopropanolamina, y otros que contienen hasta 8 átomos de carbono en la cadena de alcohol, tales como el sulfito de n-propanolamina, sulfito de n-butanolamina, sulfito de dimetilbutanolamina, sulfito de dimetilhexanolamina, y similares; los sulfoxilatos metálicos de formaldehído, tales como el sulfoxilato de cinc y formaldehído; los sulfoxilatos de metales alcalinos, tales como el sulfoxilato de sodio y formaldehído y el sulfoxilato de potasio y formaldehído; los borohidruros de metales alcalinos, tales como el borohidruro de sodio y el borohidruro de potasio, y el borohidruro de sodio y potasio; los sulfitos de metales alcalinos, tales como sulfito, bisulfito y metabisulfito de sodio y de potasio; bisulfito de amonio; sulfuro de sodio, sulfhidrato o hidrosulfuro de sodio; hipofosfito de sodio; tiosulfato de sodio, ditionato de sodio, cloruro titanoso; el ácido sulfuroso; los ácidos de mercaptano, tales como el ácido tioglicólico y sus sales solubles en agua, tales como el tioglicolato de sodio, de potasio o de amonio; los mercaptanos, tales como el sulfuro de hidrógeno, los alcohol mercaptanos tales como el etil o el butil mercaptano, y los glicoles de mercaptano, tales como el beta-mercapto etanol; y las mezclas de estos agentes reductores.

Frecuentemente se obtienen resultados favorables si el agente reductor se emplea en conjunción con un "compuesto polihidroxilado de bajo peso molecular" u otro agente auxiliar. La urea constituye el agente auxiliar



más fácilmente dispersible y más deseable, aunque es adecuado cualquier otro material que hinche a las fibras queratinosas en un medio acuoso. Por ejemplo, los compuestos de guanidina tales como el clorhidrato; son igualmente útiles la formamida, la N,N-dimetilformamida, la acetamida, la N,N-dimetilacetamida, la tiourea, el fenol, las sales de litio, tales como el cloruro, bromuro y yoduro y similares.

5

La expresión "compuesto polihidroxiado de bajo peso molecular" quiere decir un compuesto que contiene más de un grupo hidroxilo y que tiene un peso molecular no mayor de aproximadamente 4000 preferiblemente. De estos compuestos, el más fácilmente disponibles, y más deseable, desde el punto de vista de su facilidad de aplicación, comprende el etileno glicol. Un grupo particularmente preferido de glicoles incluye los glicoles polifuncionales que tienen grupos hidroxilo terminales separados por de 2 a 10 grupos de metileno, incluyendo, desde luego, el etileno glicol preferido, así como el trimetileno glicol, tetrametileno glicol, pentametileno glicol, hexametileno glicol, y decametileno glicol, o los glicoles tales como el 1,2-propileno glicol, dipropileno glicol, 1,3-butileno glicol, dietileno glicol, polietileno glicol, o similares.

10

15

20

Los compuestos polifuncionales que contienen más de 2 grupos hidroxilo incluyen los alcohol gliceroles polifuncionales tales como la glicerina y la dietilglicerina, así como el trimetilol etano, trimetilol butano, tris-hidroximetil-amino metano y otros. Los glicol éteres, tales como los polietileno glicoles o polipropileno glicoles solubles o dispersables en agua, que tienen pesos moleculares preferiblemente no mayores de aproximadamente 4000, dan también resultados satisfactorios cuando se emplean según esta inven-

25

30



ción.

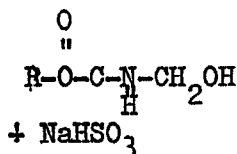
El agente reductor, con o sin el agente auxiliar o compuesto polihidroxilado, puede aplicarse al material textil en cualquier proporción deseada, según el grado de-  
5 seado de reducción. En general, se obtienen resultados óptimos cuando se aplican al material textil disoluciones acuosas que contienen desde aproximadamente 0'01 a aproximadamente 20% en peso, y del modo más preferible desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 10% en peso, del agente  
10 reductor. Si se emplea el agente de hinchamiento o compuesto polihidroxilado, puede aplicarse al material textil añadiéndolo a la disolución acuosa del agente reductor, en proporciones de desde aproximadamente 3 hasta aproximadamente 30%, y más preferiblemente desde aproximadamente 5 hasta  
15 aproximadamente 20% en peso. Pueden utilizarse concentraciones superiores si el material textil sólo ha de exponerse al medio de tratamiento durante un tiempo corto.

Después de la operación de estabilización externa, el material textil puede convertirse en una prenda de vestir,  
20 y la prenda de vestir puede someterse al tratamiento con el agente reductor. La conversión en una prenda de vestir es preferible cuando el objeto del procedimiento es producir pliegues permanentes resistentes al lavado doméstico. Sin embargo, cuando ha de producirse un material textil  
25 que tiene un efecto de textura duradero, tal como un efecto de granulado, el material textil no necesita, naturalmente, ser convertido en una prenda de vestir antes de la aplicación del agente reductor. Las operaciones mecánicas de la producción del efecto de textura, del pliegue o de los  
30 fruncidos y similares, puede llevarse a cabo con cualquiera de las piezas conocidas de los equipos para acabados textiles. Sin embargo, para la preparación de los pliegues



se prefiere una prensa Hoffman.

La operación final del procedimiento de esta invención es el tratamiento con aldehído de la fibra queratina modificada interiormente y estabilizada exteriormente. Ha de entenderse que el aldehído puede estar presente en el agente reductor, tanto en forma de un compuesto orgánico que libera aldehído por descomposición térmica, como puede aplicarse como operación independiente subsiguiente al tratamiento con el agente reductor. No obstante, el material textil ha de estar en su configuración preferida (con pliegues o con un efecto de textura), antes de ser sometido a la acción de un aldehído. Los compuestos que liberan un aldehído por degradación térmica son también adecuados para su aplicación independiente después del tratamiento con el agente reductor, siempre que el material textil así tratado se someta a una operación de calentamiento final, por ejemplo en una estufa de curado. Los compuestos adecuados que dejan en libertad aldehídos por degradación térmica, y que pueden incorporarse en la disolución del agente reductor para su aplicación simultánea, son compuestos que tienen la fórmula general:



en la que R es un miembro seleccionado del grupo que consta de (1)  $-\text{CH}_3$ , (2)  $-\text{C}_2\text{H}_5$ , (3)  $-\text{CH} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array}$ , (4)  $-\text{n-bu-tilo}$ , (5)  $-\text{iso-butilo}$ . Cuando se incorporan compuestos de este tipo en el baño de agente reductor, el reductor ha de ser de un tipo que no sufra una reacción orgánica con



el compuesto degradado térmicamente. Por esta razón se prefiere emplear agentes reductores inorgánicos, en combinación con el compuesto que puede degradarse térmicamente.

5  
10  
15  
20  
25  
30

Los aldehidos típicos que pueden aplicarse después de la aplicación de un agente reductor incluyen el formaldehído, los aldehidos alifáticos saturados, tales como acetaldehído, propionaldehído, butilaldehído, isobutilaldehído, valeraldehído, isovaleraldehído, caproaldehído, enantaldehído, caprilaldehído, pelargonaldehído, capraldehído, lauraldehído, aldehído palmítico, estearaldehído, y similares; los aldehidos alifáticos nonsaturados, tales como la acroleína, el crotonaldehído, aldehído tíglico, citronelal, citral, propionaldehído, y similares; los aldehidos monofuncionales alicíclicos, tales como el formilciclohexano y similares; los dialdehidos alifáticos, como el glioxal, piruvaldehído, malonaldehído, succinaldehído, glutaraldehído, adipaldehído, malealdehído, y similares; los aldehidos sustituidos, tales como el cloral, el aldol y similares; los aldehidos aromáticos en los que el grupo aldehído está unido a un anillo, tales como el benzaldehído, fenilacetaldéhído, p-tolualdehído, p-isopropilbenzaldehído, o-clorobenzaldehído, o-nitrobenzaldehído, m-nitrobenzaldehído, p-nitrobenzaldehído, salicilaldehído, anisaldehído, vainillina, veratraldehído, piperonal, alfa-naftaldehído, antraldehído y similares; y los aldehidos aromáticos en los que el grupo aldehído no está unido a un anillo, tales como el fenilacetaldéhído, cinamaldehído y similares; y los aldehidos heterocíclicos, tales como el alfa-formiltiofeno, alfa-formilvurfural, furfural, tetrahidrofurfural y similares.

Los compuestos típicos que general aldehidos,



15 5 y que son adecuados para su aplicación subsiguiente a la aplicación del agente reductor, pero no para su aplicación simultánea, incluyen los polímeros lineales, y particularmente aquellos que tienen la fórmula general  $\text{HO}(\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$ , que se despolimerizan formando formaldehído gaseoso monomérico por vaporización. En esta clase de compuestos se incluyen los glicoles de polioximetileno inferiores, en los que  $n$  es desde aproximadamente 2 hasta aproximadamente 8; el paraformaldehído, en el que  $n$  varía entre aproximadamente 6 y aproximadamente 100; los alfa-polioximetilenos, en los que  $n$  es mayor de aproximadamente 100; los beta-polioximetilenos en los que  $n$  es mayor de aproximadamente 100 y hay presentes trazas de  $\text{SO}_2$ , y similares.

15 10 También pueden emplearse derivados del polioximetileno glicol, como por ejemplo los diacetatos de polioximetileno, los polioximetileno dimetiléteres inferiores, los gamma-polioximetilenos (polioximetileno dimetiléteres superiores), los delta-polioximetilenos, los epsilon-polioximetilenos, y similares. En general se utilizan temperaturas superiores, de hasta aproximadamente 200°C. por ejemplo, para llevar a cabo la despolimerización de estos derivados. En muchos casos, la despolimerización, con generación de formaldehído, se efectúa del modo más rápido por tratamiento con un álcali o un ácido diluidos, para producir el glicol correspondiente, que después puede hidrolizarse para formar una disolución de formaldehído.

20 25 También puede emplearse el acetato de formaldehído (formales). Los formales preferidos se producen por reacción de formaldehído con alcoholes de la fórmula  $\text{CH}_2(\text{OR})_2$ , en la que R es alcohol o aralcoholo, en presencia de un catalizador ácido. Estos compuestos se transforman



por hidrólisis en formaldehído y el alcohol del que proceden. Los formales preferidos incluyen el dimetilol y el 1,3-dioxolano. Este último compuesto se transforma por hidrólisis en formaldehído y etileno glicol, y se prefiere particularmente entre esta clase de compuestos cuando se emplean en procedimientos de sensibilización previa.

Otros compuestos generadores adecuados incluyen los varios compuestos de metilol, por ejemplo los sulfitos de metilólalcanolamina, como el sulfito de N-metilolletanolamina, sulfito de N,N-dimetilolletanolamina, sulfito de N,N-dimetilolisopropanolamina, y similares; las metilol amidas, como la N-metilolformamida, la N-metilolacetamida, la N-metilolacrilamida, y similares; las aminas, tales como la hexametileno tetramina, trimetilolmelamina, y similares; y los compuestos tales como los bisulfitos de metales alcalinos y formaldehído, incluyendo los bisulfitos de sodio y de potasio y formaldehído.

Los siguientes ejemplos específicos del procedimiento de esta invención que se dan con el fin de ilustrarla, y no han de considerarse como limitativos del espíritu u objeto de esta invención.

#### EJEMPLO 1

En un aparato de reacción de acero inoxidable, con camisa exterior, se vierten 101 kg. de aducto de polipropileno glicol de glicerina, que tiene un peso molecular de aproximadamente 5.000. Después se cierra el aparato de reacción y se reduce la presión en su interior hasta aproximadamente 10 mm. de mercurio, y después el aparato de reacción se limpia con chorro de nitrógeno seco. La opera-



ción de regulación de la presión y la de limpieza con chorro se repite durante 3 ciclos, después de lo cual se vierten en el aparato de reacción 10'3 kg. de tolueno seco.

5 A través de toda la reacción se mantiene en el recipiente una capa protectora de nitrógeno. La presión se reduce de nuevo a 10 mm. de mercurio, y el aparato de reacción se calienta a 140°C para separar el tolueno por destilación, y después se enfría a la temperatura ambiente, empleando agua fría en la camisa que rodea al aparato de reacción.

10 La presión se hace volver a las condiciones normales o ambientales. Después de agitar durante 15 minutos para mezclar los componentes, se añade rápidamente una cantidad de toluileno-2,4-diisocianato aproximadamente doble de

15 la cantidad estequiométrica necesaria para reaccionar con el glicol, y se agita hasta que cesa el calor de reacción y la temperatura se eleva lentamente hasta 40-45°C a partir de una temperatura ambiente de aproximadamente 28°C. Después, la mezcla de reacción se calienta a una velocidad de aproximadamente 2°C por minuto, hasta una temperatura

20 de 146°C, a la que se mantiene durante 18 minutos, y después se enfría a una velocidad de aproximadamente 2°C por minuto hasta una temperatura máxima de 38°C. Después se añade tricloroetileno suficiente para dar una disolución

25 que contiene 70% del pre-polímero resultante. La disolución de pre-polímero se lleva después, desde el aparato de reacción, a un depósito cilíndrico previamente secado, bajo

una atmósfera de nitrógeno seco, para impedir la contaminación con agua, En el momento de la transferencia, la disolución de pre-polímero tiene un color que va desde inco-

30 loro a un color paja muy pálido.



Después se prepara, a partir de la disolución del 70% de pre-polímero, una disolución por dilución con tricloroetileno adicional, llevándose la dilución hasta el punto en que el material textil absorbe un 3'5% del pre-polímero, basado en el peso del material textil seco. Se añade al baño N,N,N',N'-tetraquis-2-hidroxi-propil etileno diamina, en la proporción de aproximadamente 3% del peso de pre-polímero puro. La disolución se extiende por impregnación sobre el material textil de lana, y después se coloca el material textil impregnado en una estufa a 71°C durante 5 minutos para secarlo, y después se coloca en la segunda estufa, a 121°C durante 5 minutos, para causar el curado. Después, el material textil tratado se desengrasa, se seca y se prensa. Después se fabrican unos pantalones a partir del material textil tratado con uretano. Sobre los pantalones se pulveriza una disolución al 6'4% de sulfito de monoisopropinolamina hasta que hay una absorción de líquido de 40%, se deja reposar en estado húmedo durante una hora, y después, aplicando presión, se hacen los pliegues en los pantalones, por medio de una prensa Hoffmann, empleando vapor de agua de alta presión durante 30 segundos, un tratamiento en estufa de 30 segundos y un vacío de diez segundos. Después se pulveriza sobre los pantalones una disolución de 10% de formaldehído, hasta una absorción de líquido de 40%, y se deja reposar en estado húmedo durante una hora, antes de ser secado. Se comprueba que los pliegues y la estabilidad dimensional de los pantalones es resistente a 10 ciclos de lavado, empleando detergentes disponibles en el comercio, y utilizando ciclos de secado por volteo después de cada ciclo de lavado.



## EJEMPLO II

Se repitió de nuevo el procedimiento del ejemplo I, con la excepción de que en lugar de la disolución al 70% del pre-polímero empleado en el Ejemplo I para llevar a cabo la estabilización externa, se emplea una técnica de estabilización externa con poliuretano "directo" ó "de una vez". La disolución de poliuretano "directo" se prepara como sigue: Al baño de impregnación de tricloroetileno se añade una cantidad del aducto de polipropileno glicol de glicerina empleado en el Ejemplo I para preparar el prepolímero, suficiente para efectuar una absorción de 2'5% del aducto de polipropileno glicol, basado en el peso en seco del material textil. Se añade metileno-di-p-fenildiisocianato suficiente para que haya una absorción de 0'5% del diisocianato, basada en el peso en seco del material textil. De una disolución de naftenato de cinc al 8% se añade una cantidad que llegue al 3% del peso de aducto de polipropileno glicol y el diisocianato empleado. La disolución se extiende sobre el material textil por impregnación, y después se lleva a cabo el procedimiento sustancialmente como se ha explicado en el Ejemplo I. Se comprueba que el producto acabado tiene un pliegue y una estabilidad dimensional que es resistente a 10 ciclos de lavado, empleando detergentes disponibles en el comercio, y utilizando ciclos de secado por volteo después de cada ciclo de lavado.

## EJEMPLO III

A un tejido de franela de estambre de lana en su totalidad, se le da el tratamiento de estabilización



5 exterior explicado en el Ejemplo I. El tejido o material  
textil estabilizado exteriormente en toda su anchura se  
impregna después con una disolución que contiene 3% en  
peso de bisulfito de sodio y 17'5% en peso de metilol  
metil uretano y 0'2% en peso de Deceresol OT. El tejido  
tratado se seca a 79°C, y se le somete a un ligero pres-  
sado. El tejido se transforma después en un par de panta-  
lones, los pantalones se someten a una pulverización con  
10 agua que contiene 0'2% de Deceresol OT, hasta una absorción  
de aproximadamente 40% en peso, basado en el peso del mate-  
rial textil o tejido en seco. Después, el tejido tratado se  
deja reposar en estado húmedo durante 30 a 60 minutos, y  
después se hacen pliegues en los pantalones por aplicación  
de presión por medio de una prensa Hoffman. La prenda con  
15 los pliegues se coloca después en una estufa de secado,  
a una temperatura de 135°C, durante 15 minutos. Se comprue-  
ba que el pliegue y la estabilidad dimensional del tejido  
son resistentes a 10 operaciones de lavado doméstico,  
empleándose en la operación de lavado detergentes dispo-  
nibles en el comercio y operaciones de secado por volteo.  
20

#### EJEMPLO IV

Se repitió de nuevo el procedimiento de esta-  
bilización exterior con poliuretano explicado en el Ejemplo  
I, y el material textil estabilizado exteriormente se so-  
metió de nuevo a un desengrasado, a un secado, y finalmen-  
te a una operación de aplicación de presión. El tejido  
25 estagilizado se transforma después en pantalones, y los  
pantalones se someten a una pulverización con una disolución  
acuosa que contiene 2% en peso de bisulfito de sodio, 17'5%  
en peso de metilol-metil uretano, y 0'2% en peso de Deceresol  
30 OT (agente tensioactivo sintético comercializado por la



American Cyanamid Company). La pulverización se lleva a cabo de una forma tal que se produce una absorción de aproximadamente 40% en peso, con relación al peso en seco del tejido. El pantalón sometido a la pulverización se prensa después en una prensa Hoffman, y después se hace pasar a través de una estufa de secado de prendas a una temperatura de 135°C, durante un período de aproximadamente 15 minutos. Se comprueba que los pliegues y la estabilidad dimensional del producto final son resistentes a 10 operaciones de lavado doméstico, llevándose a cabo las operaciones de lavado doméstico con detergentes disponibles en el comercio y con operaciones de secado por volteo.

EJEMPLO V

Una franela de estambre de lana pura se limpia en seco con un disolvente, y se elimina el disolvente por secado. El tejido limpiado se sumerge después en una emulsión preparado como sigue: (a) 4 gramos del producto de reacción del poliéster del ácido adípico y la glicerina se disuelven en 4 ml. de metiletil cetona, (b) 4 gramos de 2,2-bis(2,3-epoxi-propoxi-fenil)propano se disolvieron en 4 ml. de metiletilcetona, (c) 4 gramos del producto de condensación de poliamida de dietileno triamina y ácido graso no saturado dimerizado se disolvieron en 4 ml. de metiletil cetona. Las 3 disoluciones, (a), (b) y (c) se mezclan conjuntamente después, y la disolución compuesta se vierte en 375 ml. de agua, con agitación de modo que se forma una emulsión. La tela limpiada en seco se sumerge después en la emulsión y se hace pasar a través del rodillos o cilindros exprimidores, para dar un aumento de peso de 65%. El tejido impregnado se seca por aire hasta aproximadamente 30% de humedad, y después se calienta en una estufa durante



30 minutos a 121°C. Después se prepara, a partir del tejido dimensionalmente estabilizado exteriormente, un par de pantalones. Los pantalones se recubren después por pulverización con una disolución al 6'4% de sulfito de N-propanolamina, hasta una absorción de líquido de 50% aproximadamente. Después se dejan reposar los pantalones durante una hora en estado húmedo, y después se hacen pliegues aplicando presión en los pantalones por medio de una prensa Hoffman, empleando vapor de agua de alta presión durante 30 segundos, un tratamiento en estufa de 30 segundos y un vacío durante 10 segundos. Después se pulverizan los pantalones con una disolución de formaldehído al 10%, hasta una absorción de líquido de 40%, y se deja reposar en estado húmedo durante una hora antes de ser secados. Se comprueba que los pantalones tienen estabilidad dimensional y estabilidad del pliegue después de 10 ciclos de lavado, empleando detergentes disponibles en el comercio, y utilizando ciclos de secado por volteo después de cada ciclo de lavado.

#### EJEMPLO VI

Se repitió de nuevo el procedimiento de estabilización externa explicado en el Ejemplo III, y el tejido estabilizado exteriormente se transformó en un par de pantalones. Los pantalones se rociaron con una disolución acuosa que contenía 2% en peso de bisulfito de sodio, 17'5% en peso de metilol-metil uretano y 0'2% en peso de Deceresol OT. El resto de las operaciones de tratamiento se llevaron a cabo sustancialmente según el procedimiento explicado en el Ejemplo II. Se comprobó que el producto final tenía estabilidad dimensional y estabilidad del pliegue después de 10 operaciones de lavado doméstico empleando detergentes



disponibles en el comercio, y utilizando operaciones de secado por volteo después de cada ciclo de lavado.

#### EJEMPLO VII

5 Un tejido de franela de estambre, de 50% de poliéster y 50% de lana, se sumerge en una disolución acuosa al 3'3% de ácido poliaminocaproico y un derivado de dietil amino etinol, cuyo método especificado de preparación se explica en la Patente U.S. Nº 2.696.448 . El líquido de impregnación en exceso se separa haciendo  
10 pasar el tejido entre cilindros exprimidores. El tejido o material textil se seca a aproximadamente 80°C, y después se cura o reticula a 130°C durante 15 minutos. El material textil estabilizado exteriormente se trata después con la disolución de agente reductor, y después se somete al tratamiento con formaldehído sustancialmente como se  
15 expone en el Ejemplo I. Se comprueba que el producto acabado tiene estabilidad dimensional y estabilidad del pliegue incluso después de haber sido sometido a 10 operaciones de lavado doméstico, que incluyen el empleo de detergentes comerciales y de operaciones de secado por volteo.  
20

#### EJEMPLO VIII

Se repite el procedimiento del Ejemplo V, con la excepción de que, después de la operación de estabilización externa, el tejido, al ser transformado en un par de pantalones, se rocía con una disolución acuosa que contiene 2% en peso de bisulfito de sodio, 17'5% en peso de metilol-metil uretano, y 0'2% en peso de Deceresol OT, realizándose el tratamiento sustancialmente como se ha explicado en el Ejemplo II. Se comprueba que el producto  
25 acabado tiene estabilidad dimensional y del pliegue después  
30



de haber sido sometido a 10 operaciones de lavado doméstico, que incluían el empleo de detergentes disponibles en el comercio, y de operaciones de secado por volteo.

5 Aun cuando de los agentes estabilizantes exteriores disponibles comercialmente para tejidos de lana no se han citado por sus marcas de fábrica, por ejemplo el Zeset TP (agente estabilizante de terpolímero, comercializado por E.I. du Pont de Nemours & Co.) y el Wurlan (tratamiento de polimerización interfacial ideado por 10 el Wester Regional Laboratory del Departamento de Agricultura de los Estados Unidos), ha de entenderse que éstos y otros medios y procedimientos de estabilización de lana bien establecidos, son también satisfactorios para su empleo en combinación con esta invención, y pueden sustituir a 15 los agentes estabilizantes de lana exteriores antes mencionados, explicados específicamente en los Ejemplos precedentes.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América con fecha 19 de No- 20 viembre de 1.965 bajo el Nº 508.823 se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

#### N O T A

25

---

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

30

1.- Un procedimiento para fijar de un modo duradero un tejido, que contiene al menos algunas fibras



5 queratinosas, en una configuración deseada, comprendiendo dicho procedimiento: someter dicho tejido a una operación de estabilización exterior, tratar el tejido estabilizado con un agente reductor, fijar en la configuración deseada el tejido tratado con el agente reductor, y someter el tejido a la acción de un aldehído o cetona reactiva mientras está en dicha configuración deseada.

10 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho tejido que contiene fibras queratinosas es un tejido que es totalmente de lana.

3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha operación de estabilización exterior es una operación de estabilización por uretano.

15 4.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha operación de estabilización exterior es una operación de estabilización por polimerización de injerto interfacial.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho aldehído es un formaldehído.

20 6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho aldehído se genera a partir de un compuesto orgánico que se puede descomponer térmicamente.

7.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha configuración deseada es un pliegue.

25 8.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho aldehído se genera a partir de un compuesto orgánico que puede descomponerse térmicamente, aplicándose a dicho tejido dicho compuesto orgánico que puede descomponerse térmicamente, al mismo tiempo que dicho agente reductor.

30 9.- Un procedimiento según la reivindicación 1,



en el que el tejido estabilizado se convierte en una prenda de vestir antes del tratamiento con dicho agente reductor.

5

10.- Un procedimiento para fijar de un modo duradero un tejido en una configuración deseada.

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

La presente memoria consta de cuarenta y una hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P.A.

Alberto de Elizaga  
*de Elizaga*