

389313



**Memoria descriptiva**

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I.P.C.
CLASE <u>D 0 6</u>
SUBCLASE <u>M</u>

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de COTTON, INCORPORATED

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 350 Fifth Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA TRATAR UN MATERIAL QUE CONTIENE FIBRAS CELULOSICAS"

(Clase Internacional D06m)





les con las propiedades de cuidado fácil deseadas en el mercado textil de la actualidad.

5 Se han obtenido propiedades de retención de forma particularmente satisfactorias cuando el curado de tales productos textiles tratados con resina se ha retrasado hasta después del cortado y cosido de la tela tratada para producir la prenda de vestir acabada deseada y después de haber dado a tal prenda de vestir la forma deseada por planchado.

10 Una aproximación particularmente prometedora a la producción de vestidos de planchado duradero de fácil cuidado ha implicado la fijación en húmedo de agentes resistentes al arrugado formadores de resina o polímero tales como precondensados de formaldehído-melamina, como se describe, por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos 15 3.138.802, cedida al cesionario de la presente invención. En este tipo de procedimiento, un sistema de fibras tal como una tela de algodón se protege contra una pérdida excesiva de resistencia y se presensibiliza para un tratamiento de planchado duradero por fijación de un agente 20 adecuado formador de polímero y resistente al arrugado en el interior de las fibras mientras que éstas están húmedas e hinchadas, pero sin alterar de modo importante el ángulo de recuperación del arrugado en seco o las propiedades de planchado duradero del sistema de fibras. Las últimas 25 propiedades se imparten únicamente en el grado deseado durante un curado en seco subsiguiente. De acuerdo con ello, un tal procedimiento permite llevar a cabo con facilidad el plisado u otro conformado claro del sistema de fibras durante la confección de la prenda de vestir o simi- 30

389313



lar, a continuación de la etapa de fijación en húmedo y antes del curado en seco retardado. No obstante, los procedimientos de fijación en húmedo conocidos hasta ahora han requerido usualmente la neutralización y el lavado del catalizador de fijación en húmedo fuertemente ácido a continuación de la etapa de fijación en húmedo, seguidos por secado y posterior re-catalización y re-secado antes del curado real, requiriendo así tiempo y trabajo adicionales de tratamiento.

5  
10  
15  
20  
Otra aproximación prometedora a la producción de prendas de vestir de planchado duradero y de cuidado fácil ha implicado exponer una tela de algodón acondicionada a una atmosfera reactiva de formaldehído y dióxido de azufre gaseoso, como se describe, por ejemplo, en la Solicitud de Patente de EE.UU. Núm. de Serie 706.792, presentada el 20 de febrero de 1.968, y cedida al cesionario de la presente invención. No obstante, este procedimiento da directamente por resultado una tela curada y por tanto no es adecuado para el tratamiento de curado retardado. Además, las telas producidas por un tal procedimiento tienden a sufrir una pérdida de resistencia sustancial.

#### OBJETOS Y RESUMEN DE LA INVENCION

25  
30  
De acuerdo con lo anterior, un objeto primario de la presente invención es proporcionar un procedimiento para mejorar las características de resistencia al arrugado y secado uniforme de los materiales que contienen fibras celulósicas, procedimiento que evita o aminora sustancialmente los problemas de la técnica anterior arriba considerados.

389313



Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para conseguir un balance favorable entre el cuidado fácil y las propiedades físicas de los materiales que contienen fibras celulósicas, procedimiento que permite tanto la utilización de métodos de curado retardado como la de métodos de pre-curado.

Todavía otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para mejorar la resistencia al arrugado de los materiales que contienen fibras celulósicas, procedimiento que permite la facilidad de tratamiento al mismo tiempo que se reduce al mínimo el tiempo de tratamiento.

Estos y otros objetos de la presente invención resultarán más comprensibles a partir de la siguiente descripción.

De acuerdo con ello, esta invención proporciona un procedimiento mejorado para impartir características de resistencia al arrugado y de secado uniforme a materiales que contienen fibras celulósicas tales como algodón.

Típicamente, el procedimiento comprende (1) aplicar al material celulósico una solución acuosa que comprende al menos un compuesto de reacción alcalina formador de polímero soluble en agua que posee grupos N-metilol reactivos y una sal sólida soluble en agua que se comporta como un catalizador de curado latente en el eventual curado en seco; (2) exponer el material en un estado hinchado en agua a una temperatura elevada y en presencia de formaldehído a una fase de vapor que contiene un catalizador gaseoso fuertemente ácido que se elimina después por calentamiento para dejar el material en una condición neutra

389313



o casi neutra, pudiendo contener la fase de vapor, por ejemplo, dióxido de azufre, ácido acético, ácido fórmico o cloruro de hidrógeno; y (3) secar el material en preparación para el curado en seco final. Como el catalizador de curado latente no desempeña normalmente ninguna función esencial en el procedimiento antes de la etapa de curado en seco final, no necesita ser incluido en la solución inicial, sino que puede aplicarse más tarde a partir de un baño de impregnación separado, por ejemplo, entre la etapa de polimerización (2) y la etapa de secado (3). Sin embargo, su inclusión en el baño inicial puede tender a distribuirlo más eficazmente por la totalidad del polímero formado en la etapa de fijación y hacerlo por tanto más eficientemente disponible en el curado final que cuando se aplica en la misma concentración solo después de la etapa de fijación.

El artículo de planchado duradero puede confeccionarse convirtiendo primero el material no curado seco en una prenda de vestir que tiene pliegues de planchado en caliente en ella y curando luego la prenda de vestir (curado retardado), o curando primero el material y convirtiendo luego el material curado en una prenda de vestir (precurado).

La esencia de la presente invención es el descubrimiento de que pueden insolubilizarse o polimerizarse compuestos de N-metilol en las fibras celulósicas hinchadas húmedas, esto es, fijarse en el material en forma de productos insolubles en agua o resinas, por exposición a una atmósfera reactiva que comprende formaldehído y un catalizador ácido gaseoso, y de este modo controlar

389313

17



5 y limitar últimamente al mismo tiempo el efecto debilitador que de otro modo se produce cuando se cura en seco una tela tal como el algodón, y proporcionar una tela que pueda curarse en seco finalmente sin requerir ninguna aplicación adicional de agente de reticulación o catalizador después de la etapa de fijación. Controlando las cantidades y la secuencia de tiempos relativa en la que se introducen en el procedimiento el catalizador ácido gaseoso y el vapor de formaldehído, puede conseguirse un control, lo del procedimiento particularmente satisfactorio.

15 Se sugiere que el ácido gaseoso así introducido en el sistema promueve la fijación de la melamina metilolada o precondensado similar en los puntos reactivos en las fibras celulósicas del algodón que son inherentemente capaces también de reaccionar con un reticulador tal como formaldehído. Por medio de la exposición del material celulósico en la cámara de tratamiento al formaldehído sólo después de una cierta exposición preliminar al catalizador ácido, se reduce la magnitud de reticulación directa de las fibras de celulosa con el formaldehído y de este modo se retiene más completamente la resistencia del algodón. 20

25 De esta manera, se consigue un balance deseable de propiedades físicas y de cuidado fácil, pero sin embargo no se requiere neutralización o lavado alguno del catalizador, y el material resultante es adecuado para cualquiera de los tratamientos de curado retardado o de precurado.

30 De acuerdo con la realización actualmente preferida de la presente invención, el material celuló-

389313 11



sico se impregna primero con una solución acuosa que contiene uno o más compuestos de N-metilol polimerizables y una sal soluble en agua que sirve como catalizador de curado latente, y después el material impregnado que contiene la cantidad apropiada de humedad se calienta y se expone a una atmosfera reactiva de dióxido de azufre gaseoso y vapor de formaldehído a una temperatura de al menos aproximadamente 100° C, dando lugar así a que el compuesto de N-metilol llegue a fijarse en el material y el formaldehído para llegar a quedar unido al mismo de tal modo que sea capaz de producir la reticulación deseada durante una etapa final de curado en seco.

En otra realización de la presente invención, el material impregnado se expone primero a una atmósfera gaseosa caliente en condiciones de humedad relativamente alta para calentar el material y optimizar la distribución y/o fijación o polimerización del compuesto de N-metilol en el sistema de fibras en ausencia sustancial de formaldehído extraño para efectuar el calentamiento y la insolubilización de la resina en una sola etapa o en una secuencia de etapas, y el material calentado y preacondicionado se expone después a una atmósfera diferente en condiciones de humedad inferior en una etapa posterior para optimizar la fijación del formaldehído en el sistema para el curado final.

Estos y otros aspectos, ventajas y realizaciones de la presente invención resultarán más claramente evidentes a partir de la siguiente descripción más detallada.



DESCRIPCIÓN DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

La presente invención es útil para tratar diversas fibras celulósicas naturales o artificiales so-  
las o en forma de mezclas de unas con otras en diversas  
5 proporciones o en forma de mezclas con otros tipos de fi-  
bras. Incluyen fibras celulósicas naturales tales como al-  
godón, lino y cáñamo, así como fibras celulósicas regene-  
radas o artificiales tales como rayón de viscosa y rayón  
de cupramonio. Otras fibras que pueden utilizarse en mez-  
10 clas con una o más de las fibras celulósicas arriba men-  
cionadas son, por ejemplo, fibras de acetato de celulosa,  
poliamidas (por ejemplo, nylon), poliésteres [por ejemplo  
poli(tereftalato de etileno)] , acrílicas, poliolefinas  
(por ejemplo, polipropileno), poli(cloruro de vinilo),  
15 poli(cloruro de vinilideno) y poli(alcohol vinílico). Ta-  
les mezclas incluyen preferiblemente al menos 20% en peso,  
y más preferiblemente al menos 40% en peso, de algodón u  
otra celulosa natural o regenerada.

El material puede ser una tela de punto,  
20 tejida, no-tejida, o confeccionada de cualquier otro modo,  
o bien puede aplicarse la invención a fibras o hilos an-  
tes que éstos se conviertan en estructuras más complejas.  
El material puede ser liso, doblado, plisado, ribeteado,  
o conformado virtualmente en cualquier forma después de  
25 ponerse en contacto con la atmósfera que contiene formal-  
dehído. Después del tratamiento completo, la tela formada  
inarrugable mantendrá la configuración deseada sustancial-  
mente durante la vida del artículo, esto es, se produci-  
rá una tela de planchado duradero que retendrá su forma  
30 deseada a través de numerosos ciclos de utilización-lava-

389313



do-secado, requiriendo poco o ningún planchado.

La práctica de la presente invención implica característicamente el uso de al menos un compuesto formador de polímero soluble en agua que posee grupos N-metilol reactivos, formaldehído como reticulador, y un catalizador de curado sólidos latente. Por una parte, después de la exposición a una atmósfera de vapor ácido húmedo y caliente, el compuesto formador de polímero se polimeriza en el interior de las fibras de algodón mientras que las últimas están húmedas e hinchadas, de tal modo que el material polímero así formado se fija en el interior de las fibras y las protege contra una excesiva pérdida de resistencia, lo cual es normalmente el resultado de los tratamientos de inarrugado convencionales; y, por otra parte, el material polímero fijado y el reticulador toman parte subsiguientemente en la reticulación de la celulosa cuando se curan en estado seco en presencia del catalizador de curado latente.

Los compuestos de N-metilol formadores de polímero preferidos en la actualidad incluyen los precondensados de melamina-formaldehído y de fenol-formaldehído, aún cuando son también útiles otros compuestos formadores de polímero que contienen N-metilol, tales como precondensados urea-formaldehído.

Los formadores de polímero útiles en esta memoria incluyen particularmente los precondensados fácilmente endurecibles que son sustancialmente solubles en agua y se obtienen por condensación de formaldehído con un compuesto tal como melamina o una melamina sustituida por alcohol inferior, una urea, o un hidroxibenceno tal



como fenol o resorcina. El compuesto o precondensado resultante que contiene metilol puede eterificarse ulteriormente por reacción con un alcohol inferior tal como metanol o butanol. Como es bien sabido en la técnica de tratamiento de productos textiles, estos precondensados son capaces de ser aplicados al material celulósico a partir de una solución acuosa, y de ser fijados o insolubilizados fácilmente en húmedo en aquél como se describe, por ejemplo, en la Patente de EE.UU. 3.138.802. Las triazinas obtenidas por condensación de una melamina sustituida por metilo o por otro alcohol inferior y formaldehído son otros ejemplos de tales precondensados.

Se obtienen resultados satisfactorios, por ejemplo, utilizando precondensados obtenidos por condensación de 1 mol de melamina o una melamina-alcohol-sustituida con 2 a 6 moles de formaldehído, es decir, utilizando di-, tri-, tetra-, penta-, o hexametilmelamina. Tales productos se comportan bien como formadores de polímeros que se pueden fijar fácilmente en húmedo en el material por calentamiento o tratamiento con vapor de agua como se describe en esta memoria.

Los productos comercialmente asequibles de esta clase incluyen Aerotex 23, un precondensado de melamina-formaldehído; Aerotex M-3, una dimetoximetilhidroximetilmelamina; Aerotex P-225, una hexaquis(metoximetil)melamina; y Aerotex 19, que es una modificación menos completamente fraccionada de Aerotex P-225. Estos productos son suministrados en forma de soluciones acuosas por la American Cyanamid Company. Productos equivalentes son comercialmente asequibles de otros fabrican-

389313



tes.

La práctica de la presente invención implica también el uso de un catalizador de curado latente convencional. Por ejemplo, se puede utilizar una sal soluble en agua de un ácido fuerte con una base débil tal como sales amónicas de los ácidos clorhídrico, sulfúrico, nítrico, oxálico, láctico, y otros ácidos inorgánicos u orgánicos, diversos clorhidratos de amina, así como sales que actúan como ácidos de metales tales como zinc o magnesio, por ejemplo, nitrato de zinc o cloruro de magnesio o un catalizador mixto tal como  $MgCl_2/ZnCl_2$ ,  $MgCl_2$ /ácido cítrico ó  $Zn(NO_3)_2$ /ácido tartárico. Nitrato de zinc, cloruro de zinc, cloruro de magnesio y cloruro amónico representan catalizadores de curado latentes cuyo uso es particularmente preferido en asociación con la presente invención.

Para tratar los materiales celulósicos de acuerdo con la presente invención, es sumamente conveniente aplicar el compuesto requerido de N-metilol formador de polímero tal como una melamina metilolada o una mezcla de tales compuestos y un catalizador de curado latente a la tela inicialmente desde una solución acuosa o baño de impregnación común. No obstante, el catalizador de curado puede omitirse de esta etapa inicial y aplicarse solamente en una etapa posterior del procedimiento, dado que su presencia se requiere únicamente en la etapa de curado en seco final.

Por ejemplo, cuando se aplica por impregnación convencional utilizando equipo rutinario, o por pulverización u otros procedimientos conocidos, el compuesto o precondensado polimerizables de N-metilol puede disol-



verse en agua para formar una solución que contiene desde aproximadamente 3 a 25%, y preferiblemente desde aproximadamente 5 a 15%, del compuesto de N-metilol. Para facilitar su curado último en el material celulósico, puede incluirse un catalizador de curado en esta misma solución, o en una solución separada, en una cantidad comprendida entre aproximadamente 1 y 10%, y preferiblemente entre aproximadamente 4 y 6%, basado en el peso del compuesto de N-metilol. La concentración óptima depende en cierto grado del catalizador particular y del compuesto de N-metilol particular utilizados, y puede determinarse por ensayos preliminares de rutina.

Dependiendo de los requisitos de los materiales o telas acabados, el "foulardeado" o impregnación ("padding") se lleva a cabo de tal manera que la incorporación de compuesto de N-metilol depositado sobre el material está comprendida entre aproximadamente 3 y 12%, y preferiblemente entre aproximadamente 6 y 8%, calculada como depósito sólido seco basado en el peso de material fibroso seco ("owf"). La impregnación se realiza normalmente a la temperatura ambiente, por ejemplo, entre aproximadamente 10° y 30°C.

Una característica esencial de esta parte del procedimiento es que el compuesto de N-metilol depositado se fija en el material fibroso junto con un componente de reticulación mientras que las fibras están distendidas o hinchadas con agua, de tal modo que el compuesto o precondensado llega a insolubilizarse en el material celulósico fibroso sin convertir, no obstante, éste último en un estado resistente al arrugado y que

389313



retiene su forma en esta etapa, esto es, sin alterar al ángulo de recuperación del arrugado en seco del sistema de fibras en tal grado que impida el doblado u otra conformación precisa de un tal sistema de fibras durante la confección subsiguiente de prendas de vestir u otros productos a partir de aquél. Sin deseo de ligarse a ninguna teoría particular, se cree, a modo de posible explicación, que tal fijación puede alcanzar este resultado debido a que el estado hinchado en agua de las fibras, o bien impide la reticulación extensa de la celulosa por cualquier compuesto reticulador presente o, aún cuando tenga lugar esta reticulación, las fibras están notablemente distendidas cuando se tratan de este modo y por tanto la estructura tratada retiene todavía un alto grado de movilidad una vez seca.

El baño acuoso de impregnación puede contener también otros agentes de tratamiento de productos textiles convencionales, por ejemplo, agentes humectantes y suavizadores de productos textiles, esto es, polímeros capaces de formar una película suave sobre el material o tela. Por ejemplo, los suavizadores adecuados para telas incluyen un látex o dispersión acuosa fina de polietileno, diversos polímeros de acrilatos de alcohol, copolímeros de acrilonitrilo-butadieno, copolímeros etileno-acetato de vinilo desacetilados, poliuretanos, etcétera. Los aditivos polímeros adecuados para este propósito general son por otra parte bien conocidos en la técnica, y en la mayoría de los casos son comercialmente asequibles en forma de látex acuoso concentrado. Para uso en la presente invención, una tal dispersión se diluye preferiblemente



para proporcionar aproximadamente 0,1 a 4% de suavizador basado en el peso de la tela ("owf").

5                   Después que el material celulósico ha recibido el compuesto de N-metilol por impregnación o por cualquier otro modo de aplicación, se calienta la tela mientras que su contenido de humedad está comprendido entre aproximadamente 15 y aproximadamente 90%, preferiblemente entre 30 y 70% ("owf"), en presencia de un catalizador ácido gaseoso, a fin de que el compuesto de N-metilol se  
10                   fije en el material.

                  Es importante el mantenimiento de una cantidad apropiada de humedad en la tela, dentro de los límites indicados, cuando ésta sufre exposición a la atmósfera o atmósferas de vapor caliente, En ausencia de humedad  
15                   suficiente, parece ser que no se fija cantidad suficiente de polímero en el interior de las fibras en las primeras etapas del tratamiento con vapor para mantener las fibras abiertas y protegerlas contra una excesiva reticulación por el formaldehído durante las etapas subsiguientes del  
20                   tratamiento con vapor o durante el curado final. Como resultado de ello, el producto final en tal caso tiende a sufrir una notable pérdida de resistencia análoga a la pérdida experimentada en el procedimiento convencional de impregnación y curado en seco.

25                   Por el contrario, cuando está presente demasiada humedad, y particularmente cuando el vapor de agua presente en la fase de vapor reactiva se condensa como líquido sobre la tela, parece ser que está diluye indeseablemente el ácido, el cual emigra desde la fase de vapor  
30                   hacia la tela. Como resultado de ello, el compuesto forma-

389313



dor de polímero queda insuficientemente catalizado para producir el grado deseado de polimerización o cantidad de polímero fijado en las fibras. Por consiguiente, una gran parte de la ventaja potencial que es capaz de proporcionar la presente invención puede perderse a causa de una humedad demasiado alta o demasiado baja en el sistema. No obstante, las condiciones de humedad conducentes a la consecución de resultados óptimos se determinan fácilmente por ensayos empíricos previos.

Para obtener una flexibilidad del procedimiento o un control del procedimiento óptimos, es ventajoso separar el procedimiento en una pluralidad de etapas más o menos diferenciadas, bien sea disponiendo cámaras separadas para cada una de tales etapas o introduciendo los diversos fluidos de tratamiento en una secuencia espacial y cronológica a lo largo de la trayectoria en la que avanza la tela. Por ejemplo, después que la tela se impregna en el baño líquido que contiene el formador de polímero, es útil hacerla pasar entre rodillos escurridores en los que se exprime el líquido en exceso como preparación para el tratamiento con vapor que representa la parte esencial de la presente invención.

La tela impregnada y escurrida se introduce luego en una primera etapa de una cámara de reacción en la que se calienta a la temperatura de reacción deseada, por ejemplo, al menos a 80°C, pero preferiblemente entre aproximadamente 100°C y 170°C, en una atmósfera de vapor de agua en tanto que la humedad en la tela se mantiene en el nivel apropiado o se ajusta al mismo. La tela caliente se hace pasar luego sobre rodillos a una segunda



etapa de la cámara en la que se introduce un gas ácido, por ejemplo  $\text{SO}_2$  o ácido fórmico, de tal modo que incide sobre la tela mientras que está última permanece en condiciones predeterminadas de temperatura y contenido de humedad. Esto hace que el formador de polímero llegue a fijarse sustancialmente en el interior de las fibras. Puede pensarse que esto protege los puntos reactivos de la celulosa contra una subsiguiente reacción excesiva con el reticulador activo, por ejemplo el formaldehído.

Desde la etapa de polimerización previa, la tela se hace pasar luego a una tercera etapa en la que se introduce formaldehído de tal manera que incide sobre la tela mientras que se mantienen condiciones controladas apropiadas de temperatura, humedad y acidez, las cuales pueden ser las mismas o diferentes de las condiciones correspondientes que se mantienen en las etapas anteriores. Por ejemplo, después que el formador de polímero se ha fijado suficientemente en las fibras al pasar por la segunda etapa, es permisible y puede ser ventajoso mantener un contenido de humedad sustancialmente menor en la tercera etapa que en las etapas anteriores. Tal nivel inferior de humedad en la tercera etapa puede tener el efecto de facilitar no solo la polimerización ulterior del formador de polímero en las fibras, sino también la fijación de formaldehído en el sistema.

Dividiendo el tratamiento en tales etapas separadas, pueden hacerse ajustes adecuados en la temperatura de reacción, en el nivel de humedad, en la acidez y en la fijación de formaldehído de un modo sumamente cómodo a medida que pueda ser necesario o deseado. La

389313



5 separación del procedimiento en etapas puede lograrse satisfactoriamente haciendo pasar la tela a través de una cámara de reacción simple sobre una serie de rodillos dispuestos a lo largo de una trayectoria que describe la  
10 forma de una V invertida. Se produce vapor de agua a partir de la humedad residual en la tela después que dicha tela entra en la cámara calentada. Se introduce  $\text{SO}_2$  u otro vapor, ácido, el cual incide sobre la tela cerca de la entrada de la cámara. El formaldehído en forma reactiva se introduce cerca de la cresta de la V invertida.,  
15 incidiendo sobre la tela calentada. La tela caliente que contiene en sí misma el formador de polímero al menos parcialmente polimerizado, pasa luego a lo largo de la rama descendente de la V invertida hacia la salida de la cámara.

Alternativamente, las diversas fases del procedimiento pueden llevarse a cabo haciendo pasar la tela a través de una serie de cámaras sucesivas completamente separadas, o bien puede efectuarse el tratamiento con vapor completo haciendo pasar la tela impregnada directamente a  
20 través de una sola etapa que contiene una atmosfera mixta de vapor de agua, catalizador ácido gaseoso y formaldehído. Sin embargo, incluso en la última realización es ventajoso disponer al menos una cierta separación espacial entre  
25 los puntos de introducción del vapor ácido y del formaldehído reactivo, a fin de permitir que al menos algo de polímero protector llegue a fijarse en el interior de las fibras hinchadas por la humedad antes que la tela se exponga a una concentración elevada de formaldehído.

30 Si bien es importante el contenido de humedad

389313



de la tela que se está tratando, las concentraciones de vapores de agua, ácido y formaldehído presentes en la atmosfera o fase gaseosa de tratamiento pueden variarse dentro de amplios límites y no son particularmente importantes en y por sí mismas. Para alcanzar resultados óptimos para cualquier caso particular, dichas concentraciones pueden coordinarse fácilmente con otros factores tales como clase y cantidad de formador de polímero incorporado en la impregnación, especie de vapor ácido empleada, temperatura de reacción y tiempo de exposición de la tela sobre la base de operaciones de tanteo previas y de evaluaciones previas de la tela. Hablando en términos generales, las cantidades de vapor ácido y formaldehído presentes en la fase o fases de vapor existentes en las cámaras de tratamiento son muy superiores a las pequeñas cantidades de tales productos químicos que se requieren realmente para llevar a cabo las reacciones químicas deseadas en la tela de que se trata.

Se ha encontrado que el dióxido de azufre da resultados particularmente satisfactorios, y es el catalizador ácido gaseoso más preferido en la presente invención, debido a que es especialmente adecuado para formar un ácido fuerte en presencia de formaldehído, tomando probablemente la forma de un ácido sulfónico, y sin embargo es fácil de eliminar de la tela por secado subsiguiente al tratamiento con vapor. No obstante, pueden utilizarse en lugar de  $SO_2$  otros ácidos que posean un punto de ebullición inferior a aproximadamente  $120^\circ C$ , por ejemplo, ácido fórmico o ácido acético. El ácido clorhídrico es análogamente útil, aún cuando puede oca-

389313



sionar un mayor reblandecimiento de la tela si se deja en ésta sin ningún aceptor de ácido neutralizador durante un periodo de tiempo prolongado antes del curado y lavado finales.

5                   En el procedimiento preferido, la tela de algodón húmeda se hace pasar de un modo continuo a través de una o más zonas que contienen los vapores reactivos de ácido y formaldehído y que se mantienen a una temperatura de al menos 80° C, preferiblemente desde aproximadamente 100° a 170° C. La tela se hace pasar a través de una 10 cámara o pluralidad de cámaras o etapas de reacción, a tal velocidad que proporciona un tiempo de exposición total comprendido entre aproximadamente 10 segundos y aproximadamente 15 minutos, preferiblemente de 30 segundos a 2 minutos. Típicamente, en un procedimiento de etapas 15 múltiples como el que se describe anteriormente en esta memoria, un tiempo de exposición de la tela de aproximadamente 1 minuto a 102° C a una atmosfera de vapor de agua y SO<sub>2</sub> en la primera etapa o etapas y de aproximadamente 20 otros 30 segundos a 1 minuto en una etapa subsiguiente que contiene formaldehído a una temperatura similar, debe considerarse representativo de condiciones de operación satisfactorias.

25                   Las condiciones óptimas de reacción en fase de vapor son aquellas que tienen justamente la duración suficiente para conseguir el grado deseado de fijación del compuesto de N-metilol (p. ej. de 3 a 12 % de polímero basado en la tela) y de reticulador de formaldehído activo (p. Ej. de 0,2 a 5,0 % referido a la tela, sin 30 una exposición excesiva de la tela a la atmosfera reac-



tiva . Además del vapor de formaldehído y del catalizador ácido gaseoso, la fase de vapor reactiva puede contener también gases inertes tales como aire, nitrógeno, dióxido de carbono, helio, etcétera. Por supuesto, en la fase de vapor caliente está presente vapor de agua, al menos como resultado de la evaporación de agua procedente de la tela impregnada que pasa, pudiendo introducirse también deliberadamente como tal en la cámara de tratamiento como un medio para calentar la tela impregnada a la temperatura deseada o como medio para controlar el contenido de humedad de la tela en el nivel o niveles deseados mientras que se está llevando a cabo el tratamiento. No obstante, en lugar de utilizar vapor de agua para mantener la temperatura de reacción deseada, se pueden utilizar otras fuentes de calor, tales como lámparas infrarrojas.

El formaldehído se puede obtener para el procedimiento de cualquier modo conveniente, tal como por calentamiento de una suspensión de paraformaldehído en aceite mineral para generar a fin de generar formaldehído gaseoso, o haciendo pasar aire a través de una solución acuosa de formaldehído y dosificando el vapor de formaldehído o mezcla de vapores resultante en una proporción adecuada en la zona de reacción. Cuando se utiliza una melamina fuertemente metilolada como formador de polímero, un tal compuesto puede por si mismo proporcionar también una cierta cantidad de reticulador de formaldehído activo cuando se somete a una temperatura elevada en la eventual etapa de curado en seco.

Después de exposición a la atmosfera reactiva, si el baño de impregnación inicial contenía un ca-

389313



talizador de curado latente, el material celulósico se se-  
ca directamente como preparación para la confección de un  
artículo de planchado duradero a partir del mismo. En tal  
caso no se requiere la intervención de ningún otro enjua-  
5 gado u otro tratamiento. Únicamente si no se incluía un  
catalizador latente en el baño de impregnación inicial es  
necesario hacer pasar la tela después del tratamiento con  
vapor y antes de la etapa de secado a través de un segun-  
do baño de impregnación que contiene una solución acuosa  
10 de un catalizador de curado latente adecuado, con lo cual  
la tela queda catalizada para el eventual curado en seco.  
Las condiciones de secado no son especialmente críticas,  
pero el secado debe restringirse de tal manera que el con-  
tenido de humedad de la tela no descienda por debajo de 6  
15 a 10%, y de tal modo que se evite un precurado accidental.  
Por ejemplo, el material celulósico tratado puede secarse  
a temperaturas comprendidas entre aproximadamente 20° y  
60°C durante un periodo de tiempo apropiado.

El artículo de planchado duradero puede con-  
20 feccionarse convirtiendo primeramente el material no cura-  
do seco en una prenda de vestir que tenga incorporados  
pliegues planchados en caliente y curando luego la prenda  
de vestir ("curado retardado"), o curando primeramente  
el material en estado liso y obteniendo luego un producto  
25 final a partir del material curado ("precurado").

El curado o preparación o tratamiento final  
de anti-arrugado de la tela tratada puede efectuarse por  
curado en seco en una estufa de aire en la que se pueda  
entrar de pie, a temperaturas comprendidas entre aproxi-  
30 madamente 100°C y la temperatura de carbonización de la



tela, preferiblemente a una temperatura de aproximadamen-  
te 120° a 180°C, o en cualquier otro equipo de calenta-  
miento conveniente. El curado puede realizarse también,  
por ejemplo, en un equipo tal como una prensa para plan-  
5 chado de prendas de vestir que esté provista de medios  
adecuados de control del calentamiento y del tiempo de  
permanencia. Un tiempo de residencia o de permanencia de  
aproximadamente 5 minutos en una estufa de aire a 160°C  
proporciona un curado satisfactorio en un caso típico,  
10 aún cuando pueden utilizarse corrientemente tiempos de  
curado comprendidos en el intervalo que va desde aproxi-  
madamente 2 a 10 minutos.

Se entenderá, por supuesto, que los mate-  
riales celulósicos de la presente invención pueden tra-  
15 tarse con otros agentes convencionales para tratamiento  
de productos textiles tales como repelentes del agua,  
agentes antimicrobianos, agentes a prueba de llama, agen-  
tes de desprendimiento de la suciedad, repelentes de man-  
chas, etcétera, tal como es bien conocido por otra parte  
20 por los expertos en la técnica.

La invención se ilustra adicionalmente por  
los siguientes ejemplos. Todas las partes y porcentajes  
se expresan en peso en los ejemplos, así como en otros  
lugares de la memoria descriptiva y de las reivindicacio-  
25 nes, a no ser que se indique otra cosa.

Todos estos ejemplos se llevaron a cabo de  
acuerdo con la presente invención utilizando una tela de  
sarga de algodón 100% que tenía un peso de 258 gramos  
por metro cuadrado y un número de hilos de 166 x 52.

30

389313

17



Ejemplos 1-4

Estos ejemplos se llevaron a cabo utilizando el procedimiento preferido de impregnación única.

5 Muestras de la tela de sarga de algodón de aproximadamente 4,58 metros de longitud y 42,5 cm de anchura, con un peso de aproximadamente 500 gramos, se alimentaron desde un rodillo de alimentación y se impregnaron hasta aproximadamente una absorción del 70% en húmedo en  
10 baños acuosos mantenidos a la temperatura ambiente (aproximadamente 22°C) y que contenían diversas cantidades de precondensado de hexaquis(metoximetil)melamina ("Aerotex P-225") o de precondensado de dimetoximetilhidroximetil-melamina ("Aerotex M-3"). 0,5% de nitrato de zinc hexahidrato, 0,5% de agente humectante no-iónico "Triton  
15 X-100"), y, 1,0% de suavizador de tela de polietileno finamente dispersado ("Valvamine 732"), como se indica anteriormente en la Tabla I.

Después de escurrir ligeramente el exceso de líquido por paso a través de un par de rodillos escurridores, todas y cada una de estas muestras se pasaron  
20 luego sobre tres rodillos transportadores a lo largo de una cámara de tratamiento que tenía un volumen de aproximadamente 78 litros (aproximadamente 45 cm de anchura, 30 cm de longitud y 60 cm de altura), estando dispuesto  
25 uno de dichos rodillos adyacente al canal de entrada de la tela en un lado de la base de la cámara, estando dispuesto el segundo rodillo cerca del techo de la cámara en una línea intermedia entre las dos paredes laterales de la cámara, y estando dispuesto el tercer rodillo adyacente  
30 al canal de salida de la tela en la base de la cámara.



389313



17

luntad.

Al comienzo de cada operación se cargó el generador de formaldehído con 200 g de paraformaldehído. La entrada de aire al generador fué generalmente de 141,5  
5 litros/hora, mientras que el dióxido de azufre se suministró a razón de 113,3 litros/hora, medidos a aproximadamente 22°C y a aproximadamente 1 atmosfera. La temperatura del generador de formaldehído estaba comprendida entre  
10 120° y 140°C, y la cámara de tratamiento se mantuvo en la mayoría de los casos a aproximadamente 102°C ó a aproximadamente 118°C dependiendo de las condiciones de reacción  
15 deseadas.

En operaciones típicas se introdujeron aproximadamente 100 g de SO<sub>2</sub> y 50 g de formaldehído en la  
15 cámara de tratamiento para tratar una muestra de 500 g. de 4,57 m de longitud de tela de algodón. No obstante, estas cantidades de vapores eran varias veces superiores a los requisitos mínimos. En una cámara de tamaño comercial que tenía un volumen mucho mayor y proporcionalmente me-  
20 nos pérdida de gas, podrían alcanzarse resultados satisfactorios introduciendo en tal cámara cantidades tan pequeñas como 3 a 5 gramos de SO<sub>2</sub> y 2 a 3 gramos de formaldehído por 100 gramos de tela de algodón.

A continuación del tratamiento con vapor,  
25 las telas se secaron en una estufa de aire a 52°C durante aproximadamente 20 minutos y, después del planchado, se curaron al aire a 160°C durante 5 minutos, se lavaron (AAT-CC 124-1967 III B), y se evaluaron en lo referente  
30 a aspecto y otras propiedades después de un ciclo de lavado y secado en tambor (1 L+D). Además de ello, en al-



gunos casos se evaluaron también las telas antes del curado, después del tratamiento con vapor y del secado.

Asimismo, algunas de las muestras secas tratadas se lavaron antes del curado y se determinaron sus propiedades.

5 A fines de comparación, se trato también una muestra procedente de la misma muestra original de sarga de algodón por un procedimiento de fijación en húmedo con vapor de agua previamente utilizado, similar al descrito en la solicitud de Patente asimismo pendiente, 10 Núm. de Serie 764.950. Más particularmente, en esta operación se impregnó la tela a 60% de absorción en húmedo en un baño que contenía 29% de melamina metilolada Aero-  
15 tex 19 (65% de compuesto activo), 38% de melamina metilolada Fixapret PCL (50% de compuesto activo), y 0,1% de agente humectante Triton X-100, ajustandose el baño a un pH de 2 por adición de una cantidad apropiada de ácido sulfurico.

Después de la impregnación, esta muestra se trató con vapor de agua en la cámara de vapor de agua 20 a 102°C durante 45 segundos, se neutralizó en solución de carbonato sódico al 0,5%, se escurrió, se lavó y se seco. Después de ello se catalizó por impregnación a 60% de absorción en humedo en una solución que contenía 0,8% de  $ZnNO_3 \cdot 6H_2O$  y 2% de suavizadores de polietileno. 25 Después del secado, la muestra se seco, se plancho y se curó al aire a 160°C durante 10 minutos, lo mismo que todas las restantes muestras, y se determinaron su aspecto y otras propiedades físicas.

Los datos concernientes a un cierto número 30 de operaciones que son representativas de la invención,

389313



así como la operación en la que la muestra se trató de acuerdo con los procedimientos de fijación en húmedo con vapor de agua de la técnica anterior, se resumen en la Tabla I.

5                    Como puede verse en la Tabla I, las telas tratadas de acuerdo con la presente invención tienen un equilibrio deseado entre propiedades de cuidado fácil (planchado duradero, retención del plisado, recuperación del arrugado) y propiedades físicas (resistencia a la ro-  
10                    tura y al desgarramiento, abrasión-flexión de Stoll), junto con la ventaja comercialmente importante de tiempos de tratamiento cortos (ausencia de necesidad de eliminación por lavado y tiempo de reacción de sólo 1 a 2 minutos). Una comparación entre el Ejemplo 5 y los Ejemplos 1 - 4,  
15                    hace resaltar el hecho de que la inyección sucesiva de  $SO_2$  y formaldehído en lugar de simultánea da por resultado una mejor retención de la resistencia. En todos los casos, la recuperación del arrugado de la tela sin curar  
20                    fué bastante baja para el tratamiento de curado retardado. Además, cuando se compararon con la misma tela de sarga de algodón tratada por el procedimiento convencional de fijación en húmedo con vapor de agua, las telas curadas tratadas de acuerdo con la presente invención te-  
25                    nían generalmente mejores propiedades de cuidado fácil con propiedades físicas comparables.

389313

TABLA I

389313

Propiedades de Telas, No-curadas y Curadas, en las que se ha fijado Polímero por Tratamiento con Vapor

Ejemplo Núm.	1		2		3		4		5		Como se describe en el Texto
	10% P-225 <sup>1</sup> 1 min.2	7% P-225 <sup>1</sup> 1 min.2	10% M-3 1 min.2	1 min.2	10% M-3 1 min.2	5% M-3 + 5% P-225	10% P-225 3 min.3	10% P-225 3 min.3	10% P-225 3 min.3	10% P-225 3 min.3	
Precondensado en el Baño	10% P-225 <sup>1</sup>	7% P-225 <sup>1</sup>	10% M-3	1 min.2	10% M-3	5% M-3 +	5% P-225	10% P-225	10% P-225	10% P-225	Fijación en Húmedo con Vapor de Agua Convencional
Tiempo de Reacción	1 min.2	1 min.2	1 min.2	1 min.2	1 min.2	1 min.2	1 min.2	3 min.3	3 min.3	3 min.3	
Temperatura de reacción	120° C	120° C	120° C	120° C	120° C	120° C	120° C	102° C	102° C	102° C	
Curado a 160° C/5 minutos	no	si	no	si	no	si	no	si	no	si	
Aspecto	no	si	no	si	no	si	no	si	no	si	
Evaluación de Planchado	3,1	4,0	3,1	3,4	2,6	3,8	3,8	3,7	3,7	3,2	
Duradero	---	4,3	---	4,5	---	4,2	4,1	4,2	4,2	4,7	
Evaluación de la Retención del Plisado	---	4,3	---	4,5	---	4,2	4,1	4,2	4,2	4,7	
Recuperación del Arrugado (Urdimbre + Trama)	211	282	235	273	225	282	286	276	276	282	
(AATCC 66-1959T)	---	250	---	236	---	234	---	---	---	---	
En seco, grados	211	282	235	273	225	282	286	276	276	282	
En húmedo, grados	---	250	---	236	---	234	---	---	---	---	
Resistencia a la Rotura (Trama, Mordaza)	29,5	19,5	32,2	21,3	33,6	26,3	21,8	19,1	19,1	---	
(ASTM D-39-49)	89	59	97	64	99	77	62	48	48	72	
Kilogramos	29,5	19,5	32,2	21,3	33,6	26,3	21,8	19,1	19,1	---	
% de Retención	89	59	97	64	99	77	62	48	48	72	
Resistencia al desgarramiento (Trama)	2240	1205	2380	1290	2660	1850	1860	1015	1015	---	
(ASTM D-1425-59)	91	49	97	53	105	73	69	36	36	73	
Gramos	2240	1205	2380	1290	2660	1850	1860	1015	1015	---	
% de Retención	91	49	97	53	105	73	69	36	36	73	

389313

TABLA I

Propiedades de Telas, No-curadas y Curadas, en las que se ha Fija

Ejemplo Núm.	1		2		3		
Precondensado en el Baño	10% P-225 <sup>1</sup>		7% P-225 <sup>1</sup>		10% M-3		5% M-
Tiempo de Reacción	1 min. <sup>2</sup>		1 min. <sup>2</sup>		1 min. <sup>2</sup>		1 min.
Temperatura de reacción	120° C		120° C		120° C		120° C
Curado a 160° C/5 minutos							si
	no	si	no	si	no	si	
<u>Aspecto</u>							
Evaluación de Planchado							
Duradero	3,1	4,0	3,1	3,4	2,6	3,8	3,8
Evaluación de la Retención del Plisado							
	---	4,3	---	4,5	---	4,2	4,1
<u>Recuperación del Arrugado (Urdimbre + Trama)</u>							
(AATCC 66-1959T)							
En seco, grados	211	282	235	273	225	282	286
En húmedo, grados	---	250	---	236	---	234	---
Resistencia a la Rotura							
<u>(Trama, Mordaza)</u>							
(ASTM D-39-49)							
Kilogramos	29,5	19,5	32,2	21,3	33,6	26,3	21,8
% de Retención	89	59	97	64	99	77	62
Resistencia al desgarramiento							
<u>(Trama)</u>							
(ASTM D-1425-59)							
Gramos	2240	1205	2380	1290	2660	1850	1860
% de Retención	91	49	97	53	105	73	69

389313



17

a Fijado Polímero por Tratamiento con Vapor

		Fijación en Húmedo con Vapor de Agua Convencional	
4	5	Como se describe en el Texto	
5% M-3 +	10% P-225		
5% P-225			
1 min. <sup>2</sup>	3 min. <sup>3</sup>		
120° C	102° C		
si	si	si	
3,8	3,7	3,2	
4,1	4,2	4,7	
286	276	282	
---	---	---	
21,8	19,1	---	
62	48	72	
1860	1015	---	
69	36	73	

389313

389313

TAFLA I (Continuación)

Abrasión-Flexión de				
<u>Stoll (Trama)</u>				
(ASTM D-1175-61T uti-				
lizando calor y car-				
gas de tensión de 226,8				
y 907,2 gramos, respec-				
tivamente)				
Ciclos hasta que se				
produce el fallo	---	---	792	235
% de Retención	---	---	86	40
<u>Polímero incorporado</u>				
(%, 1 I+D)	---	10,7	8,4	11,4
			8,3	8,8

- 1) El suavizador de polietileno se aplicó como impregnación en un baño separado después del tratamiento en fase de vapor, pero antes del secado.
- 2) El SO<sub>2</sub> se introdujo en forma de chorros por el fondo de la cámara en la entrada de la tela; el formaldehído se introdujo en forma de chorros por separado, cerca del techo de la cámara.
- 3) Los vapores mezclados de SO<sub>2</sub> y formaldehído se introdujeron en forma de chorros juntamente en la entrada de la tela cerca del fondo de la cámara).



389313

TABLA I (Continuación)

Abrasión-Flexión de						
<u>Stoll (Trama)</u>						
(ASTM D-1175-61T uti-						
lizando calor y car-						
gas de tensión de 226,8						
y 907,2 gramos, respec-						
tivamente)						
Ciclos hasta que se						
produce el fallo	---	---	---	---	1013	792
% de Retención	---	---	---	---	116	86
<u>Polímero incorporado</u>						
(%, 1 L+D)	---	10,7	---	8,4	---	11,4
						8,3

- 1) El suavizador de polietileno se aplicó como impregnación en un baño separado después del tratamiento en fase de vapor, pero antes del secado.
- 2) El SO<sub>2</sub> se introdujo en forma de chorros por el fondo de la cámara en la entrada de la tela; el formaldehído se introdujo en forma de chorros por separado, cerca del techo de la cámara.
- 3) Los vapores mezclados de SO<sub>2</sub> y formaldehído se introdujeron en forma de chorros juntamente en la entrada de la tela cerca del fondo de la cámara).

389313



---

792

235

---

86

40

74

---

8,3

8,8

---

---

389313

17



Ejemplos 2/1-2/4

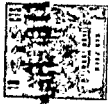
En otra serie de operaciones, se impregna-  
ron muestras de la tela de sarga de algodón hasta aproxi-  
5 madamente un 70 % de absorción en baños acuosos que conte-  
nían 10 % de precondensado de Aerotex P-225 ó precondensa-  
do de Aerotex M-3, 0,5 % ("owf") de nitrato de zinc, 0,5 %  
de agente humectante no-iónico Triton X-100, y 1,0 %  
("owf") de suavizador de telas de polietileno finamente  
10 dispersado (Valvamine 732), y luego se trataron consec-  
tivamente en dos atmósferas de vapor diferentes según se  
indica. Los datos de estas operaciones se resumen en la  
Tabla II.

En el primer paso de vapor, las muestras se  
15 expusieron a una atmósfera constituida por vapor de agua  
saturado, o una atmosfera que comprendía dióxido de azu-  
fre gaseoso y vapor de agua saturado, a aproximadamente  
102° C, durante 1 ó 3 minutos para depositar o fijar el  
precondensado dentro de las fibras, como se indica en la  
20 Tabla II.

389313

## TABLA II

389313



Propiedades de Felas, No-curadas y Curadas, Después de diversos Tratamientos con Vapor de Agua y SO<sub>2</sub>/Formaldehído

Ejemplo Núm	2/1		2/2		2/3		2/4	
	10 % M-3	10 % P-225	10 % M-3	10 % M-3	5% M-3 + 5% P-225	Vapor de Agua Saturado	SO <sub>2</sub> + Formaldehído	SO <sub>2</sub> + Formaldehído
Precondensado en el Baño								
Etapas de Tratamiento con vapor de Agua, 102º C/3 minutos	Vapor de Agua Saturado solamente	Vapor de Agua Saturado + SO <sub>2</sub>	Vapor de Agua Saturado + SO <sub>2</sub>	Vapor de Agua Saturado + SO <sub>2</sub>	Vapor de Agua Saturado	Vapor de Agua Saturado	SO <sub>2</sub> + Formaldehído	SO <sub>2</sub> + Formaldehído
Etapas de fijación de Vapor 102º C/3 minutos	SO <sub>2</sub> + Formaldehído no si	SO <sub>2</sub> +Formaldehído - no si	SO <sub>2</sub> +Formaldehído - no si	SO <sub>2</sub> +Formaldehído - no si	SO <sub>2</sub> +Formaldehído (102º C/1 minuto)	SO <sub>2</sub> +Formaldehído (115º C/1 minuto)		
Curado, 160º C/5 minutos	3,1	2,8	3,4	2,9	3,4	3,6		
Aspecto (1 L+D) Evaluación de Planchado Duradero	3,1	2,8	3,4	2,9	3,4	3,6		
Evaluación de la Retención del Plisado	---	---	4,0	---	3,2	3,4		
Recuperación del Arrugado (Urdimbre + Trama)	270	252	301	241	257	299		
En seco, grados	---	---	251	---	227	---		
En Húmedo, grados	29,5	28,1	18,1	31,8	22,7	24,0		
Resistencia a la Rotura (Trama, Mordaza) Kilogramos	83	79	51	90	64	55		
% de Retención	2415	2125	1285	2590	1765	1915		
Resistencia al Desgarramiento (Trama) Gramos	82	72	43	88	60	74		
% de Retención	1950	1915	---	2850	---	679		
Abrasión-Flexión de Stoll (Trama)	175	176	---	262	---	68		
Ciclos hasta producirse el fallo	---	---	---	---	---	---		
% de Retención	---	---	---	---	---	---		
Polímero Incorporado	---	---	---	---	---	---		
% 1 L+D	11,3	9,8	---	---	10,3	---		

# 389313

TABLA II

Propiedades de Telas, No-curadas y Curadas, Después de diversos Tratamientos

Ejemplo Núm	2/1	2/2	2/3
Precondensado en el Baño	10 % M-3		10% P-
Etapa de Tratamiento con vapor de Agua, 102° C/3 minutos	Vapor de Agua Saturado solamente		Vapor Saturado + SO <sub>2</sub>
Etapa de fijación de Vapor 102° C/3 minutos	SO <sub>2</sub> + Formaldehido		SO <sub>2</sub> +For
Curado, 160° C/5 minutos	no	si	no
Aspecto (1 L+TD) Evaluación de Planchado Duradero	3,1	3,3	2,8
Evaluación de la Retención del Plisado	---	4,0	---
Recuperación del Arrugado (Urdimbre + Trama)			
En seco, grados	270	286	252
En Húmedo, grados	---	245	---
Resistencia a la Rotura (Trama, Mordaza) Kilogramos	29,5	18,1	28,1
% de Retención	83	51	79
Resistencia al Desgarramiento (Trama) Gramos	2415	1520	2125
% de Retención	82	51	72
Abrasión-Flexión de Stoll (Trama)			
Ciclos hasta producirse el fallo	1950	---	1915
% de Retención	175	---	176
Polímero Incorporado			
%, 1 L+D	---	11,3	---

389313



Tratamientos con Vapor de Agua y SO<sub>2</sub>/Formaldehido

2/2		2/3		2/4
10% P-225		10% M-3		5% M-3 + 5% P-225
Vapor de Agua		Vapor de Agua		Vapor de Agua
Saturado		Saturado		Saturado
+ SO <sub>2</sub>		+ SO <sub>2</sub>		(102° C/1 minuto)
SO <sub>2</sub> +Formaldehido		SO <sub>2</sub> +Formaldehido		SO <sub>2</sub> + Formaldehido
(115° C/1 minuto)				
no	si	no	si	si
2,8	3,4	2,9	3,4	3,6
---	4,0	---	3,2	3,4
252	301	241	257	299
---	251	---	227	---
28,1	18,1	31,8	22,7	24,0
79	51	90	64	55
2125	1285	2590	1765	1915
72	43	88	60	74
1915	---	2850	---	679
176	---	262	---	68
---	9,8	---	10,3	---

389313

17 MAR 1957



En el segundo paso de vapor, las muestras se expusieron a una atmósfera que comprendía una mezcla de vapor de formaldehído, aire y dióxido de azufre gaseoso a 102° C durante 3 minutos en las operaciones 2/1, 2/2 y 2/3, y a 115° C durante 1 minuto en la operación 2/4.

Las muestras así tratadas se secaron luego al aire a aproximadamente 50 ° C.

Algunas de las muestras secadas se lavaron y se determinaron sus propiedades textiles como se hizo en los Ejemplos 1 - 5.

Las muestras restantes se plisaron por planchado en caliente, se curaron al aire a aproximadamente 160° C durante 5 minutos, se lavaron, y se determinaron sus propiedades textiles como se hizo en los Ejemplos 1 - 5.

Como puede verse en la Tabla II, las telas tratadas de acuerdo con este aspecto de la presente invención poseen también un nivel útil de cuidado fácil y propiedades físicas. Hablando en términos generales, no obstante, no exhiben ninguna ventaja importante sobre las telas de los Ejemplos 1 - 5 que se trataron por el procedimiento más rápido y algo más sencillo, sin adición alguna de vapor de agua.

#### Ejemplo 3/1

Para ilustrar la efectividad del tratamiento en fase de vapor en lo que respecta a la fijación de un formador de polímero en fibras celulósicas, se llevaron a cabo dos ensayos comparativos, uno de los cuales incluía un tratamiento con vapor de acuerdo con esta in-

389313



vención, mientras que el otro no lo incluía.

Más particularmente, dos muestras de la tela de serga de algodón descrita anteriormente en esta memoria se impregnaron en un baño que contenía 4 % de melamina metilolada M-3 más de 4 % de melamina metilolada P-225, y 0,8 % de  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ . Después de tal impregnación, una de estas muestras se sometió a un tratamiento de fijación en fase de vapor con  $SO_2$  y formaldehído análogo al descrito anteriormente para los Ejemplos 1 - 4 (Tabla I), después de lo cual se lavó, se catalizó de nuevo por impregnación en una solución que contenía 0,8 % de  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ , se secó, se curó durante 5 minutos a  $160^\circ C$ , y de nuevo se lavó y se secó, mientras que la otra muestra se lavó, se catalizó, se secó, se curó, se lavó nuevamente y se secó exactamente de la misma manera pero sin intervención de etapa alguna de fijación en fase de vapor.

Los resultados se resumen en la Tabla III.

Como se deduce evidentemente de la Tabla III, el tratamiento con vapor de la presente invención convierte el precondensado de aminoplástico en una forma insoluble que resiste el lavado y después de recatalizado de la tela puede servir para impartir propiedades de planchado duradero a la tela una vez curada en seco. Por contraste, en ausencia de un tratamiento con vapor como el indicado, la mayor parte del precondensado sigue siendo soluble en agua, por lo que se separa por lavado, y un curado subsiguiente es luego incapaz de producir propiedades de planchado duradero satisfactorias. La diferencia de incorporación determinada sobre las muestras

389313

17 MAR



curadas finales confirma ulteriormente la efectividad de la invención para fijar el aminoplástico en una forma sustancialmente insoluble en la tela mientras que en ausencia de tal tratamiento con vapor solamente una pequeña fracción del aminoplástico persiste en la tela después del lavado.

TABLA III

COMPARACION DE TELAS IMPREGNADAS CON "MELAMINAS", CON Y SIN TRATAMIENTO EN FASE DE VAPOR

<u>Ejemplo</u>	<u>3/1-A</u>	<u>3/1-B</u>
Precondensado en el Baño	—4% M-3 más 4% P-225—	
Tratamiento de Vapor con		
15 HCHO/SO <sub>2</sub>	1 min./120°C. Ninguno	
Evaluación de Planchado Duradero	3,4	2,4
Recuperación del Arrugado (Urdim-		
bre + Trama) En seco, grados	272	221
Resistencia a la Rotura (Trama)		
20 Kilogramos	27,2	33,6
% de Retención	62	71
Resistencia al Desgarramiento		
(Trama) Gramos	2020	2900
% de Retención	76	103
25 Abrasión-Flexión de Stoll (Tra-		
ma) Ciclos hasta producirse el		
Fallo	1147	--
% de Retención	116	--
Incorporación, %	4,0	1,2

389313



Debe observarse que, comparando el procedimiento del Ejemplo 3/1-A con el procedimiento utilizado en todos los ejemplos anteriores, se interpusieron entre la etapa de tratamiento con vapor y la etapa de curado en seco una etapa de lavado y una etapa de recatalización. Este procedimiento permite la evaluación de la efectividad de la fijación de resina alcanzada por el tratamiento con vapor, pero no se requiere por razón práctica alguna. Como se muestra en la Tabla III, las propiedades de cuidado fácil de la tela del Ejemplo 3/1-B no se desarrollan, debido a que en ausencia del tratamiento con vapor se produce una insuficiente fijación de resina.

Si bien la memoria descriptiva precedente describe los principios y la naturaleza general así como realizaciones y modificaciones preferidas de la presente invención, todavía otras modificaciones pueden hacerse por los expertos en la técnica sin apartarse del alcance y espíritu de las reivindicaciones del apéndice.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 27 de Abril de 1.970 con el número 32.370, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

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

11.3.71

389313

17 MAR



siguientes:

1º.- Un procedimiento para tratar un material que contiene fibras celulósicas a fin de hacerlo susceptible de mejora en sus características de resistencia al arrugado y secado uniforme por un curado subsiguiente, procedimiento que comprende (a) aplicar al material una solución acuosa que comprende al menos un compuesto formador de polímero soluble en agua que posee grupos N-metilol reactivos; (b) exponer el material mientras se encuentra hinchado por la humedad a una temperatura de al menos 80º C a una atmosfera reactiva que comprende vapor de formaldehido y un ácido gaseoso, con lo que dicho compuesto formador de polímero queda fijado en el material; (c) aplicar al material un catalizador de curado sólido latente, bien sea como componente de la solución acuosa de la etapa (a) o en forma de una solución acuosa separada que se aplica después de la etapa de fijación (b) y antes de la etapa de secado (d); y (d) secar el material en preparación para la fabricación de un artículo de planchado duradero a partir del mismo.

2º.- Un procedimiento según la reivindicación 1, que comprende las etapas posteriores de convertir la tela seca en una prenda de vestir que tiene al menos un pliegue planchado en caliente en ella, y después de ello calentar la prenda de vestir en un estado sustancialmente seco a una temperatura comprendida entre aproximadamente 120º C y 180º C, impartiendo así propiedades de planchado duradero a aquella.

3º.- El procedimiento de la reivindicación 1 en el que el ácido gaseoso se selecciona del grupo cons

389313



tituido por dióxido de azufre, ácido fórmico, ácido acético y cloruro de hidrógeno.

5 4º.- El procedimiento de la reivindicación 3 en el que el material que contiene fibras celulósicas comprende al menos 20% de fibras celulósicas, y en el que la solución acuosa del compuesto de N-metilol aplicada al material comprende un compuesto de melamina metilolado en 10 durecible y se fija dentro de las fibras celulósicas por calentamiento del material a una temperatura de al menos aproximadamente 80º C en una fase de vapor que comprende un ácido gaseoso y formaldehído mientras que se mantiene el contenido de humedad del material entre aproximadamente 15 y 90% basado en el peso del material.

15 5º.- El procedimiento de la reivindicación 3 en el que el material al que se ha aplicado la solución acuosa del compuesto de N-metilol se calienta a una temperatura de al menos aproximadamente 100º C en condiciones de humedad controlada antes de exponer el material a la atmósfera reactiva que comprende una mezcla de ácido gaseoso y formaldehído. 20

5 6º.- El procedimiento de la reivindicación 5 en el que el material al que se ha aplicado el compuesto de N-metilol se calienta en condiciones de humedad controlada en una atmósfera que comprende dióxido de azufre antes de exponerlo a una mezcla que comprende formaldehído reactivo y dióxido de azufre. 25

30 7º.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el material que se cura es una tela que contiene algodón, y la solución acuosa que se emplea en la etapa (a) comprende al menos un -

8-7-71

389313



precondensado de formaldehido-melamina soluble en agua que posee grupos N-metilol reactivos y un catalizador de curado sólido latente; calentándose en la etapa (b) la tela a una temperatura comprendida entre aproximadamente -  
5 100°C y 170°C en una zona de tratamiento con vapor mientras que el contenido de humedad de la tela se mantiene entre aproximadamente 50 y 70%, y la tela se expone a una atmósfera de vapor reactivo que comprende vapor de formaldehido y dióxido de azufre gaseoso, fijando así el precon-  
10 densado y el formaldehido dentro de las fibras de algodón; la tela es luego secada en la etapa (d) hasta un contenido de humedad no inferior a 6%.

8º.- El procedimiento de la reivindicación  
7 en el que el catalizador de curado latente se selecciona  
15na del grupo constituido por nitrato de zinc, cloruro de zinc, cloruro amónico, y cloruro magnésico, y en el que la tela tratada con vapor y secada se calienta a una temperatura comprendida entre aproximadamente 120°C y 180°C, con lo cual se imparten propiedades de planchado duradero a la  
20 misma.

9º.- El procedimiento de la reivindicación  
7 en el que la tela se mantiene en dicha zona de tratamiento con vapor durante un periodo comprendido entre aproximadamente 10 segundos y aproximadamente 15 minutos, y en el  
25 que la zona de tratamiento con vapor comprende una pluralidad de etapas de tratamiento sucesivas, introduciéndose principalmente dióxido de azufre en una primera etapa, en tanto que se introduce fundamentalmente formaldehido en una etapa posterior.

30 10º.- El procedimiento de la reivindicación



9, caracterizado porque la solución acuosa de la etapa  
(a) comprende aproximadamente 3 a 25% de un precondensa-  
do de formaldehído-melamina soluble en agua y endurecible  
que tiene grupos N-metilol reactivos y una relación de  
5 formaldehído a melamina comprendida entre aproximadamen-  
te 2:1 y 6:1, y aproximadamente 1 a 10%, basado en la  
cantidad de precondensado de formaldehído-melamina, de  
un catalizador de curado soluble en agua seleccionado -  
del grupo constituido por nitrato de zinc, cloruro de  
10 zinc, cloruro amónico y cloruro magnésico; la tela es  
pasada luego desde la etapa (a), con un contenido de hu-  
medad comprendido entre aproximadamente 30 y 70%, a tra-  
vés de una sucesión de etapas de tratamiento con vapor  
que comprende dióxido de azufre gaseoso y vapor de for-  
maldehído a una temperatura comprendida entre aproxima-  
15 damente 100°C y aproximadamente 120°C, fijando así entre  
aproximadamente 6 y 8% del compuesto de N-metilol y en-  
tre aproximadamente 0,2 a aproximadamente 5% de formal-  
dehído reactivo en la tela; la tela tratada es secada  
20 para hacerla apta para ser usada en la confección de una  
prenda de vestir a la cual pueden impartirse propiedades  
de planchado duradero mediante curación subsiguiente, en  
una condición substancialmente seca, a una temperatura  
entre 120°C y 180°C aproximadamente.

25 11<sup>o</sup>.- Un procedimiento de acuerdo con la rei-  
vindicación 10 en el que se introduce dióxido de azufre  
en una primera etapa de tratamiento con vapor y se intro-  
duce vapor de formaldehído en una etapa de vapor poste-  
rior.

30 12<sup>o</sup>.- Un procedimiento para tratar un mate-

389313



rial que contiene fibras celulosicas.

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

Esta Memoria consta de cuarenta y una hojas  
5 escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

16 JUL 1971

P.A.

Alfonso de Linares  
por Poder

8-7-71

- 41 -