

416725

416725

~~416725~~



P.- 54.791

98-G-562

F.C-2-6-75

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl.²: D06B,M

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de COTTON, INCORPORATED

entidad norteamericana

establecida en 1370 Avenue of the Americas, Nueva York, Nueva York 10019- Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO NO CATALITICO PARA MEJORAR LAS CARACTERISTICAS DE ESTABILIDAD DIMENSIONAL, RESISTENCIA AL ARRUGADO, SECADO UNIFORME Y RETENTIVIDAD TOTAL DE FORMA DE UN TEJIDO QUE CONTIENE FIBRAS CELULOSICAS"

(Clase Internacional D06m)

416725



Antecedentes de la invención

5 En años recientes se han considerado diversos métodos para tratar productos que contienen fibra celulósica, tales como tela hecha de algodón o mezclas de algodón, para
10 comunicarles resistencia duradera a las arrugas y características de secado uniforme. Por ejemplo, los materiales celulósicos han sido reticulados con formaldehído en presencia de un cierto número de diversos catalizadores que dan reticulaciones duraderas que tienen buena resistencia a los lavados repetidos, y también a diversos ácidos y álcalis, y blanqueadores que contienen cloro.

15 La patente de los EE.UU. 3.653.805, por ejemplo, describe la impregnación del material celulósico con un compuesto reactivo con formaldehído, tal como urea, y luego la puesta en contacto de la tela impregnada con vapores de formaldehído, para formar sobre la tela un producto de reacción insoluble, en ausencia de catalizador ácido y sin efectuar una reticulación con la fibra celulósica suficiente para producir un aumento de la recuperación de arrugas lo bastante alto para que interfiera con la subsiguiente operación de dar forma a la tela que contiene polímero de formaldehído. La tela es impregnada luego con un catalizador ácido sólido latente, o es expuesta a un catalizador gaseoso y curada, dando un producto de planchado duradero.

25. Desde luego, muchos de los procedimientos de la

416725



técnica anterior relativos a productos de planchado duradero que usan materiales de formaldehído o reactivos con formaldehído han implicado el uso de catalizadores ácidos tales como dióxido de azufre, ácido fórmico, ácido acético, 5 cloruro de cinc y similares. Aunque estos catalizadores son eficaces para causar la reticulación o curado de los materiales, pueden degradar las propiedades físicas del material celulósico.

10 El uso de un método sin catalizar para producir un producto de planchado duradero ha sido intentado en la técnica anterior, pero hasta ahora no se ha hallado ningún procedimiento comercialmente adecuado, ya que se requerían tiempos de reacción extremadamente largos, por ejemplo diez horas, incluso para aproximarse a los mínimos niveles aceptables de la propiedad de planchado duradero. Véase, por 15 ejemplo, "An Uncatalyzed, Vapor-Phase Cross-linking Reaction of Cotton Cellulose with Formaldehyde" (Reacción de reticulación en fase vapor, sin catalizar, de la celulosa del algodón con formaldehído), Joarder y otros, Textile Research Journal, 39, Nº 1, págs. 49-54 (enero 1969). 20

Por tanto, ha continuado la búsqueda de un procedimiento no catalítico, relativamente rápido, capaz de originar un equilibrio mejorado entre las propiedades físicas y las propiedades de planchado duradero, para materiales 25 celulósicos tales como tela de algodón.

416725



Resumen de la invención

5 Por tanto, un objeto principal de la presente invención es proporcionar un procedimiento no catalítico de planchado duradero, para tratar materiales celulósicos que contienen fibra, procedimiento que evita o aminora sustancialmente los problemas antes mencionados.

10 Un objeto más específico es proporcionar un procedimiento no catalítico que comunica a los materiales celulósicos un equilibrio perfeccionado de propiedades de planchado duradero y propiedades físicas.

15 Otro objeto específico es proporcionar un procedimiento no catalítico de planchado duradero, para uso con materiales celulósicos, que produce características perfeccionadas de resistencia a las arrugas y secado uniforme, mantiene en el mínimo cualquier pérdida de resistencia a la tracción y resistencia a la abrasión, y requiere un tiempo de tratamiento relativamente corto.

20 Estos y otros objetos, así como el alcance, naturaleza y utilización de la invención, se harán más claramente aparentes por la siguiente descripción más detallada. A no ser que se indique otra cosa, todas las proporciones y tantos por ciento de materiales o compuestos se expresan sobre la base del peso, en toda la memoria descriptiva y reivindicaciones adjuntas.

25 Según la presente invención, se proporciona un

416725



procedimiento no catalítico para perfeccionar la estabilidad dimensional, resistencia a las arrugas, características de secado uniforme, y retención de forma total de una tela que contiene fibra celulósica, que comprende: (a) aplicar a la

5 tela que contiene fibra celulósica una solución acuosa, exenta de catalizador, de un compuesto monómero que tenga al menos un hidrógeno activo y reaccione con formaldehído; (b) exponer la tela impregnada a una atmósfera que contenga vapores de formaldehído, en ausencia de catalizador, hasta que

10 se fije sobre dicha tela, sin efectuar ninguna cantidad sustancial de reticulación con la fibra celulósica, una cantidad que impida las arrugas de un condensado, al menos parcialmente polimerizado, del compuesto monómero y formaldehído, en forma sustancialmente insoluble en agua; y (c) calen

15 tar posteriormente dicha tela en una atmósfera gaseosa inerte, en ausencia de catalizador, a una temperatura de aproximadamente 100 a aproximadamente 180°C, durante de aproximadamente 1 a aproximadamente 20 minutos, para seguir polimerizando y reticular la tela.

20 La esencia de la presente invención es el descubrimiento de que, calentando posteriormente en ausencia de catalizador o formaldehído una tela que ha sido impregnada con una solución acuosa, exenta de catalizador, de un compuesto monómero que tenga al menos un hidrógeno activo y reac

25 cione con formaldehído, tal como urea, y que luego ha sido

416725



expuesta a vapores de formaldehído (de nuevo en ausencia de catalizador), se consiguen una resistencia a las arrugas sustancialmente perfeccionada y un tiempo de tratamiento global significativamente reducido, con solo una mínima degradación de propiedades físicas, Hasta ahora se ha pensado que se debía impregnar la tela con un catalizador, ya fuese mediante un baño de impregnación acuoso o por impregnación con vapor, para conseguir propiedades de planchado duradero y tiempos de tratamiento aceptables. La presente invención ha alcanzado estas metas sin añadir estos catalizadores al sistema, evitando así el sacrificio de pérdidas significativas en las propiedades físicas del material.

Descripción de las realizaciones preferidas

La presente invención es útil para tratar diversas fibras celulósicas naturales o artificiales, solas o en mezclas entre sí en diversas proporciones, o como mezclas con otras fibras. Entre tales fibras celulósicas naturales útiles aquí se incluyen, por ejemplo, el algodón, artículos de lino, lino, cáñamo y yute. Entre las fibras celulósicas regeneradas o artificiales útiles se incluyen el rayón viscosa y rayón de cupramonio. Otras fibras que pueden ser usadas en mezclas con una o más de las fibras celulósicas antes mencionadas son, por ejemplo, las fibras de acetato de celulosa, poliamidas, poliésteres, poliacrilonitrilo, poliolefinas, poli(cloruro de vinilo), poli(cloruro de vinilide-

416725



no) y poli(alcohol vinílico). Tales mezclas comprenden preferiblemente al menos aproximadamente 15 por ciento en peso, y más preferiblemente al menos aproximadamente 35 por ciento en peso, de algodón u otras fibras celulósicas.

5 Una tela puede ser de punto, tejida o no tejida, o puede ser cualquier tela construida de otra forma. La tela puede ser plana, plegada, plisada, dobladillada o cosida, o se la puede dar forma de otra manera, para producir un artículo tal como una prenda de vestir de cualquier forma deseada, antes o después de contacto con la fase de vapor reactivo que contiene formaldehído. Después del tratamiento, la tela reticulada formada conservará sustancialmente la configuración original durante la vida del artículo, es decir, se producirá una tela para lavar y poner, o de planchado duradero.

10

15

 Según la presente invención, la tela de algodón o que contiene celulosa es impregnada con una solución acuosa, exenta de catalizador, que contiene un compuesto monómero que tiene al menos un hidrógeno activo, y que reacciona con formaldehído, por ejemplo un compuesto del tipo amida.

20

 Los compuestos adecuados tipo amida, reactivos con formaldehído, son típicamente solubles en agua, y entre ellos se incluyen diversas ureas tales como urea, butil-urea, etilen-urea, propilen-urea cíclica, alil-urea, dihidroxie-

25

416725



tilen-urea cíclica, cianuramida (melamina), tiourea, así como formamida, acetamida, maloamida, acrilamida, los carbamatos de alcohol inferior (por Ejemplo $C_1 - C_4$) o hidroxialcoholo, tales como carbamato de etilo y carbamato de hidroxiletilo, aril-sulfonamidas tales como benceno-sulfonamida o p-benceno-disulfonamida, las alcohol inferior-(por ejemplo $C_1 - C_4$)-sulfonamidas o bis-sulfonamidas, tales como metano-, etano-, n-butano- o isobutano-sulfonamida, metilen-bis-metano-sulfonamida, etilen-bis-metano-sulfonamida, 1,3-propano-bis-metano-sulfonamida, etc. Se prefieren la urea y etilen-urea.

Es particularmente ventajoso impregnar la tela con la solución acuosa del compuesto de amida, de manera que se produzca una adición en seco de entre aproximadamente 0,5 y 25, de preferencia entre aproximadamente 2,5 y 15, por ciento en peso de la tela.

El compuesto de amida se aplica preferiblemente en una solución acuosa que puede tener un pH de aproximadamente 4 a 12. Generalmente, la solución acuosa tendrá un pH alcalino. A menudo el pH estará entre por encima de aproximadamente 7 y menos que aproximadamente 11, de preferencia entre aproximadamente 8 y 9, y conteniendo de aproximadamente 1 a aproximadamente 25 por ciento, de preferencia entre aproximadamente 3 y aproximadamente 20 por ciento, más preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 15 por cien

24.8.73
C.M.H.

416725



to, de la amida.

5 El tratamiento previo de la tela, antes de exposi-
ción a los vapores de formaldehído, con aditivos resinosos
polímeros que forman películas blandas, tal como dispersio-
nes o látices usuales, puede dar como resultado una mejora
de un aumento desusadamente grande en la recuperación de arru-
gas de la tela tratada. Los aditivos polímeros pueden mejo-
rar también la flexión, resistencia a la abrasión y resis-
tencia al desgarramiento, o alterar la relación de recupera-
10 ción de arrugas en seco a recuperación de arrugas en húmedo,
o, en algunos casos, acortar el tiempo de reacción necesario
para producir una tela aceptable de planchado duradero. Los
aditivos polímeros adecuados para tales fines, en la mayo-
ría de los casos, están disponibles comercialmente en forma
15 de látex acuoso concentrado, y es deseable diluirllos hasta
una concentración de aproximadamente 1 a aproximadamente 30,
a menudo de aproximadamente 5 a aproximadamente 15, por cien-
to de polímero, para impregnar sobre la tela. Entre los adi-
tivos polímeros adecuados se incluyen los copolímeros sólidos,
20 resinosos o cauchoides, de acrilonitrilo-butadieno, y
las mezclas que los contienen con diversas resinas vinílicas;
polietileno; copolímeros desacetilados de etileno y acetato
de vinilo; poliuretanos y diversos polímeros de acrilatos
de alcohol, etc, como es bien sabido en la técnica.

25 La tela impregnada puede ser secada o acondiciona-

416725



5 da hasta un contenido de humedad de aproximadamente 2 hasta aproximadamente 100, de preferencia de aproximadamente 3 a aproximadamente 65, más preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 15, por ciento en peso del material de tela celulósica seco.

10 Si se desea, la tela impregnada puede ser secada y usada luego en la manufactura de prendas de vestir (por ejemplo cortando, cosiendo y planchando), ya sea inmediatamente o tras envío a un lugar diferente, o tras almacenamiento de duración indefinida. Las prendas de vestir resultantes pueden seguir siendo tratadas luego como se describe más adelante, ya sea inmediatamente o tras almacenamiento de duración indefinida. La tela (o prenda de vestir) impregnada es
15 expuesta en ausencia de catalizador a una atmósfera que contiene vapores de formaldehído, hasta que se fije sobre la tela, sin efectuar, sin embargo, ninguna cantidad sustancial de reticulación con la fibra celulósica, una cantidad que impida las arrugas de un condensado, al menos parcialmente polimerizado, del compuesto monómero y formaldehído (por
20 ejemplo un condensado de urea-formaldehído parcialmente polimerizado), en forma sustancialmente insoluble en agua.

25 Aunque no hay reticulación sustancial, aparentemente puede haber algo de unión, tal como injerto del condensado en grupos hidroxilo de la celulosa, que tiene lugar durante la etapa de contacto con vapor de formaldehído. Una

24.8.73
C.M.H.

416725



cantidad que impida las arrugas del condensado al menos par-
cialmente polimerizado es aquella cantidad que, cuando la te-
la es calentada posteriormente, produce una tela que tiene
propiedades aceptables de planchado duradero.

5 La atmósfera de la zona de reacción puede contener
también aire o cualquier otro gas no ácido y no perjudicial
que no reaccione con el formaldehído o el compuesto monóme-
ro, y que no catalice su reacción. A menudo, la atmósfera de
la zona de reacción contiene de aproximadamente 1 a aproxi-
10 madamente 100, de preferencia de aproximadamente 30 a apro-
ximadamente 95, por ciento en volumen de formaldehído.

 El contacto de la tela impregnada con la atmósfe-
ra que contiene vapor de formaldehído puede ser efectuado a
una temperatura de aproximadamente 100 a aproximadamente 160,
15 de preferencia de aproximadamente 105 a aproximadamente 120°C,
durante un tiempo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente
60; de preferencia de aproximadamente 0,5 a aproximadamente
20, más preferiblemente de aproximadamente 1 a aproximada-
mente 5 minutos.

20 Se puede emplear cualquier medio adecuado para po-
ner en contacto la tela con la atmósfera que contiene vapor
de formaldehído. Por ejemplo, se puede usar un sistema dis-
continuo utilizando un recipiente o tubo cerrado que contie-
ne la atmósfera en fase vapor reactivo, en el que se puede
25 poner la tela impregnada que contiene monómero, y exponer-

416725



la allí a la atmósfera durante el tiempo apropiado. Como al
ternativa se puede usar un sistema dinámico o continuo, tal
como uno en el que se hace pasar una corriente gaseosa que
contiene vapor de formaldehído a través de una cámara alar-
5 gada cerrada, por la que también se hace pasar la tela o ar
tículos impregnados, a velocidad apropiada, ya sea en corrien
te paralela o en contracorriente en relación al gas. Tambien
se pueden usar combinaciones de lo que antecede, es decir,
tal como pasando una corriente que contiene vapores de for-
maldehído sobre una tela estática.
10

El vapor de formaldehído requerido puede ser gene-
rado de cualquier manera conveniente, tal como calentando
una suspensión de paraformaldehído en aceite mineral, para
generar formaldehído gaseoso que luego es dosificado en in-
15 terior de la cámara de tratamiento. El vapor de formaldehi-
do estará presente en la zona de reacción en cantidad al me
nos suficiente para reaccionar con todo el compuesto de ami
da, y en general estará presente en exceso respecto a tal
cantidad.

20 Típicamente, al final de la etapa de puesta en contacto
con vapor de formaldehído, la tela es calentada, deseablemente,
hasta una temperatura por encima de aproximadamente 80°C, por
ejemplo comprendida entre aproximadamente 100 y aproximadamen-
te 180°C, de preferencia entre aproximadamente 140 y aproxima-
25 damente 160°C durante de aproximadamente 1 a aproximadamente 20

416725



minutos, de preferencia de aproximadamente 3 a aproximadamen-
te 10 minutos, para polimerizar adicionalmente y reticular
la tela, mejorando así su duración ante lavados, así como me
jorando las características de planchado duradero de la te-
5 la tratada. Además, ésta etapa de calentamiento posterior vo
latilizará y eliminará cualquier vapor de agua, formaldehi-
do sin unir y otros residuos volátiles. Esta etapa de calen
tamiento posterior puede permitir también una reducción del
10 tiempo de exposición a vapor de formaldehido, sin sacrificar
el comportamiento de planchado duradero. El calentamiento de
la tela en tratamiento puede ser efectuado ventajosamente en
cualquier cámara adecuada de calentamiento de tela.

La tela tratada puede ser sometida a la etapa de
calentamiento posterior inmediatamente después de ser expues-
15 ta a los vapores de formaldehido, o puede ser almacenada du
rante un periodo de tiempo indefinido. Si se desea, la tela
puede ser usada en la manufactura de prendas de vestir des-
pués de exposición a vapores de formaldehido, y antes de la
etapa de calentamiento posterior. Preferiblemente, la tela
20 tratada no es lavada antes de la etapa de calentamiento pos
terior. Aunque no se desea estar limitados por consideraciones
teóricas, parecería que el condensado al menos parcialmen
te polimerizado, formado en la etapa de contacto con vapor
de formaldehido, puede contener algunos grupos reactivos (ta
25 les como grupos metilol) cuya reactividad puede ser reduci-

24.8.73
C.M.H.

416725



da lavando con agua. La eficacia del procedimiento global se reduce así considerablemente cuando la tela es lavada entre esas etapas.

5 La invención se ilustra adicionalmente en relación a los siguientes ejemplos, que han de ser considerados como ilustrativos de la presente invención. Sin embargo, se debe entender que la invención no está limitada a los detalles es pecíficos de los ejemplos.

EJEMPLOS

10 El reactor usado en este trabajo era un reciipien te cilíndrico que tenía una capacidad de aproximadamente 71 litros, contruido en aluminio de 3,2 mm (42 cm de diámetro interior y 57 cm de altura). Las paredes de este reactor fue ron calentadas con bandas calentadoras provistas de un in-
15 terruptor de 3 vías que permite trabajar a 600, 1200 o 2400 vatios. La temperatura de pared del reactor fue controlada por un termostato bimetálico ajustable, y el reactor estaba rodeado por una manta aislante. El contenido de gas en el reactor fue recirculado por una tubería exterior de recir-
20 culación, mediante una soplante a presión, de aluminio, pro vista de un deflector de calor y cojinetes lubricados hermé ticamente ajustados, para alta temperatura. Una mariposa ajustable en la tubería de recirculación permitía algo de control de la presión dentro del reactor, pero durante el
25 funcionamiento normal se prefería una presión del reactor

24.8.73
G.M.H.

416725



casi atmosférica.

5 El formaldehído gaseoso fue conducido al reactor por tuberías calentadas desde un recipiente endependiente en el que era generado según se necesitaba, por calentamiento de una suspensión de entre aproximadamente 30 a 50 por ciento en peso (salvo que se indique otra cosa) de paraformaldehído en aceite mineral. El reactor estaba equipado además con otra tubería por la que se podían admitir otros gases, tal como aire, cuando y en caso de que se necesitase. 10 El caudal de formaldehído fue controlado regulando la temperatura del aceite mineral entre 100 y 140°C.

A no ser que se indique otra cosa, todas las muestras fueron ensayadas para determinar el ángulo de recuperación de arrugas según los métodos de ensayo descritos en 15 AATCC 66-1959T. Para la resistencia Elmendorf al desgarramiento, los métodos de ensayo son según ASTM D-1424-59, y para la resistencia Stoll a flexión y abrasión los métodos de ensayo son según ASTM D-61T (usando cargas de altura y tensión de 227 y 908 g, respectivamente).

20 EJEMPLO I

Unas muestras de tela de sarga, 100 por ciento de algodón (112 x 50 hebras), fueron impregnadas con soluciones acuosas que contenían de 0 a 20 por ciento de urea y 10 por ciento (sólidos) de látex E-502 de uretano (Wyandotte Chemical Corporation), para dar diversas adiciones. Cada una de 25

416725



5 las muestras impregnadas fue secada hasta un contenido de
humedad de aproximadamente 7 por ciento, fue expuesta a una
atmósfera de vapor de formaldehído gaseoso durante 2 minutos
a 120°C, y fue calentada posteriormente en aire durante 5 mi
nutos a 150°C. A no ser que se indique otra cosa, las mues-
tras de tela de todos los Ejemplos fueron calentadas poste-
riormente, inmediatamente después de la exposición a la atmós-
fera de formaldehído gaseoso.

10 Como se muestra en la Tabla I, las propiedades de
la tela fueron mejoradas considerablemente cuando fueron im-
pregnadas con una solución que contenía 1 por ciento de urea
(aproximadamente 2,6 por ciento de adición de monómero, cal-
culado como adición total, Tabla I, menos el valor de adi-
ción del aditivo polímero para 0 por ciento de urea, es decir,
15 4,1 por ciento en peso), en comparación con la solución que
contiene 0 por ciento de urea. Estas propiedades mejoradas
fueron en general mantenidas o perfeccionadas con cada una
de las soluciones acuosas que tienen concentraciones de urea
aumentadas.

20 La Tabla I indica que tan poco como 1 por ciento
de urea en la solución acuosa comunica buenas propiedades
de planchado duradero a telas de algodón en el presente pro-
cedimiento. Estos resultados han de ser contrastados con los
procedimientos de planchado duradero catalizados usuales,
25 en los que se necesitan concentraciones de solución acuosa

24.8.73
C.M.H.

416725



de 5 a 10 por ciento (sólidos) del monómero o resina, para conseguir niveles comerciales de ángulos de recuperación de arrugas.

TABLA I

5	Concen- tración de urea en la solu- ción de impreg- nación	Adi- ción, (%)	Angulo de recuperación de arrugas (grados)				Resistencia al desg- rramiento (unidades Elmendorf)	
			En seco		En húmedo		Urdim- bre	Tra- ma
			Urdim- bre	Tra- ma	Urdim- bre	Tra- ma		
10	0	4,1	119	108	136	122	164,8	103,8
	1	6,7	146	129	157	142	218,0	116,0
	2,5	6,8	150	140	150	144	122,5	212,5
	5,0	7,4	152	132	155	138	237,5	127,0
15	7,5	8,1	155	136	156	144	213,5	124,2
	10,0	10,2	152	136	152	142	201,0	112,0
	15,0	19,5	154	148	169	154	129,0	84,8
	20,0	23,9	147	144	166	149	134,3	83,2
20	n.d.*	n.d.	74	75	73	81	169,4	98,3

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA I (continuación)

	Abrasión flexión Stoll, urdimbre, ciclos	Propiedades de tracción					Lon- gitud de dobra do (m)	
		Urdimbre			Trama			
		Trabajo hasta rotura, (kg.m)	Extensión de rotu- ra (%)	Resis- tencia de ro- tura, (kg)	Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)		Resis- tencia de ro- tura (kg)
5	933	0,411	18,9	82,0	0,142	19,4	32,4	--
10	1175	0,209	13,9	57,0	0,076	14,4	22,1	5,1
	1338	0,210	13,6	56,8	0,075	14,2	22,7	5,0
	1310	0,232	14,6	62,3	0,077	14,5	23,3	5,0
	1462	0,256	14,2	65,4	0,070	15,2	21,8	5,2
15	1465	0,226	13,4	60,7	0,072	15,1	22,5	5,3
	626	0,180	9,8	62,3	0,055	12,6	22,0	5,4
	754	0,224	10,7	70,7	0,083	13,9	27,2	5,6
	421	0,367	13,2	85,0	0,136	17,9	32,7	

20

* Testigo sin tratar

24.8.73
C.M.H.

416725



EJEMPLO II

5 El efecto del tiempo de exposición a formaldehído y de la presencia de vapor de agua, sobre las propiedades de la tela, fue estudiado en este Ejemplo en el que unas muestras
de la tela del Ejemplo I fueron impregnadas con una solución
acuosa que contiene 10 por ciento de urea y 10 por ciento
(sólidos) de látex E-502 de uretano, fueron expuestas a va-
por de formaldehído durante de 1 a 4 minutos a 120°C, en pre-
sencia o ausencia de vapor de agua, y fueron calentadas lue-
10 go posteriormente durante 5 minutos a 150°C. Las propieda-
des resultantes de la tela, que se muestran en la Tabla II,
indican que se obtuvieron pequeños aumentos del ángulo de
recuperación de arrugas, y las correspondientes disminucio-
nes de resistencia a la tracción, a medida que el tiempo de
15 exposición fue aumentado de 1 a 4 minutos.

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA II

Tiempo de exposición a HCHO a 120°C (min)	Tiempo de exposición a HCHO-vapor de agua, a 120°C (min)	Adición (%)	Angulo de recuperación de arrugas (grados)				Resistencia al desgarramiento (unidades Elmendorf)	
			En seco		En húmedo			
			Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama
			1	0	11,8	150	130	147
2	0	13,7	154	142	156	146	157,5	90,0
3	0	13,9	160	147	16 ^u	148	154,0	89,8
4	0	15,0	165	148	160	150	138,0	87,0
0	1	13,0	152	142	158	145	146,8	86,0
0	2	14,6	152	146	154	152	148,5	87,5
0	3	15,1	159	146	155	150	138,5	79,5
0	4	14,3	160	154	154	155	138,0	89,8
n.d. [✱]	n.d.	n.d.	74	75	73	81	169,4	98,3

5

10

15

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA II (continuación)

Abrasión flexión Stoll, urdim- bre, ciclos	Propiedades de tracción						
	Urdimbre			Trama			
	Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)	Resis- tencia de ro- tura (kg)	Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)	Resisten- cia de rotura (kg)	
5	1234	0,226	11,5	67,0	0,072	14,8	23,2
	1036	0,199	11,0	62,3	0,067	13,4	22,7
10	902	0,203	11,4	62,9	0,068	14,2	22,5
	854	0,167	10,4	57,7	0,055	13,0	21,4
	950	0,199	11,0	62,5	0,060	14,6	20,3
15	811	0,182	10,8	59,5	0,061	14,0	21,8
	790	0,172	10,3	58,6	0,052	12,7	20,0
	825	0,183	10,4	59,1	0,056	13,9	19,8
	421	0,367	13,2	85,0	0,136	17,9	32,5

20

* Testigo sin tratar

416725



EJEMPLO III

Unas muestras de la tela del Ejemplo I, que fueron impregnadas con soluciones que contienen 10 por ciento de urea y 10 por ciento (sólidos) de látex E-502 de uretano, se
5 cadas a un contenido de humedad de aproximadamente 7 por ciento, y expuestas a vapor de formaldehído durante 2 minutos a 120°C, fueron calentadas posteriormente a temperatura y tiempos variables. Los datos, tal como se muestran en la Tabla III-A, indican que aunque la resistencia a la tracción permanezca esencialmente inalterada, los ángulos de recuperación de arrugas, en seco y en húmedo, fueron aumentados sustancialmente en la muestra calentada posteriormente, en comparación con una muestra que no fue calentada posteriormente.

15 Así, aunque el mecanismo teórico no está claro, parece que probablemente tiene lugar una condensación adicional entre la urea y el formaldehído durante la etapa de calentamiento posterior, y también que se pueden formar enlaces adicionales entre la resina de urea-formaldehído y el
20 material celulósico sobre el que se deposita la resina.

El efecto de la temperatura de calentamiento posterior se muestra en la Tabla III-B. Aunque la cantidad de adición de amida aumentó al aumentar la temperatura, la mayoría de las otras propiedades no lo hizo. Después de 10 ciclos de lavado, las propiedades de la tela mostraron poco
25

416725



cambio, lo que indica que se puede trabajar con el procedimiento de la invención en amplios intervalos de tiempo y temperatura de calentamiento posterior, sin afectar significativamente al resto de las propiedades de la tela.

5 Es sabido que el formaldehído gaseoso generado por calentamiento de suspensiones de paraformaldehído-aceite mineral puede contener una cantidad secundaria (es decir, menos de 5 por ciento en peso) de impurezas tales como agua, metanol, formiato de metilo y ácido fórmico. El ácido fórmico
10 es un catalizador conocido para uso en cantidades catalíticamente eficaces en los procedimientos de planchado duradero que usan formaldehído. Sin embargo, la pequeña cantidad de ácido fórmico que (dependiendo de la pureza del gas) podría estar presente en el procedimiento de la presente invención
15 es tan pequeña como para ser insuficiente para causar cambio significativo alguno en el resto de las propiedades obtenidas, en comparación con las obtenidas cuando se efectúa la reacción en ausencia de cualquier material catalítico. Es decir, la pequeña cantidad de ácido fórmico, u otro material
20 normalmente considerado como catalizador en un procedimiento de planchado duradero, incluyendo formaldehído, que podría estar presente en el procedimiento de la presente invención es menos que una cantidad catalíticamente eficaz, y tan pequeña que es insuficiente para causar cualquier cambio significativo en el resto de propiedades obtenidas, en compara
25

416725



1973

ción con las obtenidas cuando se efectúa la reacción en ausencia de cualquier cantidad de un material normalmente considerado como catalizador.

TABLA III-A

	Tiempo de calentamiento posterior a 50°C (min)	Número de lavados	Adición (%)	Angulo de recuperación de arrugas (grados)				Resistencia al desgarramiento (unidades Elmendorf)	
				En seco		En húmedo		Urdimbre	Trama
				Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama		
5	0	1	8,9	136	117	141	137	265,0	153,5
	1	1	11,6	146	122	152	146	199,5	126,8
	2	1	11,9	148	134	158	151	199,3	116,8
10	3	1	12,9	152	138	162	149	178,0	115,8
	4	1	13,9	156	140	160	151	152,0	97,5
	5	1	13,3	156	150	158	157	159,8	95,5
	0	10	8,0	138	122	142	130	265,0	143,5
15	1	10	9,1	140	122	150	136	210,5	131,2
	2	10	9,9	148	133	151	142	193,5	124,5
	3	10	10,0	150	134	149	142	202,5	120,2
	4	10	11,8	154	136	157	144	161,0	100,2
20	5	10	11,7	152	145	158	149	166,8	113,5
	n.d.*	n.d.	n.d.	74	75	73	81	169,4	98,3

416725



TABLA III-A (continuación)

Abrasión flexión Stoll, urdimbre (ciclos)	Urdimbre			Trama			
	Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)	Resis- tencia de ro- tura (kg)	Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)	Resis- tencia de ro- tura (kg)	
5	888	0,323	16,0	69,8	0,099	16,4	24,8
	1054	0,242	13,4	62,9	0,084	15,6	24,1
	1608	0,268	13,4	68,6	0,084	16,2	24,5
10	1428	0,247	13,0	66,8	0,083	15,2	24,3
	1161	0,204	11,4	61,8	0,070	14,8	22,8
	1080	0,223	11,8	64,5	0,061	13,8	21,5
15	658	0,276	15,5	64,3	0,097	15,4	26,0
	732	0,247	14,0	63,8	0,090	15,5	25,2
	1214	0,241	13,8	64,3	0,086	15,2	25,4
	1210	0,241	13,2	64,8	0,090	15,4	25,4
20	1275	0,199	12,2	60,4	0,060	14,4	20,5
	1169	0,211	12,4	60,9	0,068	14,0	22,6
	421	0,367	13,2	85,0	0,136	17,9	32,5

25

* Testigo sin tratar.

416725



TABLA III-B

	Temp. de calentamiento posterior (°C)	Número de lavados	Adición (%)	Angulo de recuperación de arrugas (grados)				Resistencia al desgarro (unidades Elmendorf)	
				En seco		En húmedo			
				Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama
5	100	1	11,6	143	136	150	148	177,0	113,0
	120	1	11,5	153	140	154	147	163,7	101,0
10	140	1	12,7	158	141	154	152	145,7	92,8
	160	1	13,1	159	148	153	156	134,8	86,8
	100	10	11,6	142	122	149	142	173,0	117,5
	120	10	11,6	152	134	158	146	151,2	97,0
15	140	10	12,4	150	134	153	146	152,8	92,2
	160	10	12,6	155	138	153	149	150,0	92,0
	n.d. [‡]	n.d.	n.d.	74	75	73	81	169,4	98,3

20

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA III-B (continuación)

	Abrasión flexión Stoll; urdimbre (ciclos)	Propiedades de tracción					
		Urdimbre			Trama		
		Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)	Resis- tencia de ro- tura (kg)	Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)	Resisten- cia de rotura (kg)
5	--	0,214	13,4	60,0	0,084	15,8	24,2
	--	0,213	12,4	62,0	0,075	14,4	23,5
10	979	0,201	11,6	61,8	0,063	13,2	22,4
	890	0,192	11,0	62,3	0,062	13,2	22,1
	--	0,246	14,8	63,4	0,077	15,7	23,3
	--	0,220	11,0	64,1	0,080	15,4	24,2
15	874	0,205	12,4	62,0	0,062	13,6	21,8
	1006	0,198	11,8	61,8	0,063	13,4	22,7
	421	0,367	13,2	85,0	0,136	17,9	32,5

20 * Testigo sin tratar

24.8.73
C.M.H.

416725



EJEMPLO IV

Se estudiaron los efectos del contenido de humedad en la tela de algodón antes del tratamiento con formaldehído. Unas muestras de la tela de sarga de algodón del Ejemplo I fueron impregnadas con una solución que contenía 10 por ciento de urea y 10 por ciento (sólidos) de látex E-502 de uretano, y fueron secadas y acondicionadas a diversos niveles de contenido de humedad, fueron expuestas a vapor de formaldehído durante 2 minutos a 120°C, y luego calentadas posteriormente durante 5 minutos a 150°C.

Es sabido que en al menos algunos procedimientos catalíticos de la técnica anterior el aumento del contenido de humedad en las telas de algodón, antes del tratamiento con vapores de formaldehído, aumenta la cantidad de formaldehído absorbido, así como la cantidad de formaldehído fijado. Sin embargo, en el presente procedimiento la cantidad de agua en las fibras de algodón no parece ser un parámetro crítico para determinar la magnitud de reacción entre formaldehído y urea. Como se muestra en la Tabla IV, las adiciones para todas las muestras fueron aproximadamente iguales, y todas las muestras de tela tenían propiedades de planchado duradero aceptables.

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA IV

	Adición (%)	Contenido inicial de humedad (%)	Número de lavados	Angulo de recuperación de arrugas (grados)				Resistencia al desgarramiento (unidades Elmendorf)	
				En seco		En húmedo			
				Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama	Urdimbre	Trama
5	11,3	3,5	1	150	132	152	144	179,0	141,2
	11,4	7,2	1	161	150	159	155	139,8	87,5
10	11,8	16,0	1	158	152	167	153	135,2	84,0
	11,4	3,5	10	140	125	158	138	202,0	158,2
	11,2	7,2	10	158	142	164	152	163,2	99,8
15	11,7	16,0	10	154	140	169	155	157,0	88,5
	n.d.	n.d.	n.d.	74	75	73	81	169,4	98,3

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA IV (continuación)

Abrasión flexión Stoll, urdimbre (ciclos)	Propiedades de tracción						
	Urdimbre			Trama			
	Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)	Resis- tencia de ro- tura (kg)	Trabajo hasta rotura (kg.m)	Exten- sión de ro- tura (%)	Resisten- cia de rotura (kg)	
5	1886	0,277	14,8	66,2	0,095	15,6	23,4
	932	0,175	10,6	58,7	0,062	13,5	21,5
10	847	0,187	11,0	59,7	0,067	13,8	23,2
	1866	0,322	17,5	67,2	0,099	16,4	26,2
	1258	0,210	12,1	59,5	0,063	14,0	20,9
15	1222	0,188	11,8	58,2	0,062	14,0	21,0
	421	0,367	13,2	85,0	0,136	17,9	32,5

* Testigo sin tratar

20

24.8.73
C.M.H.

416725



EJEMPLO V

5 El efecto de los aditivos polímeros superficiales sobre el ángulo de recuperación de arrugas y la pérdida de resistencia fue estudiado impregnando muestras de la tela del Ejemplo I con soluciones acuosas de diversos aditivos polímeros disponibles en el comercio, con y sin urea también presente en las soluciones acuosas. Cada una de las muestras de tela impregnadas fue secada a 80°C hasta un contenido de humedad de aproximadamente 7 por ciento, fue expuesta a va-
10 por de formaldehído durante 2 minutos a 120°C, y fue calentada posteriormente durante 5 minutos a 150°C. Los resultados se muestran en la Tabla V. Como se esperaba, las telas impregnadas con los aditivos polímeros más fuertes (mayor valor de módulo de película), tales como Rhoplex K-27 y látex P-501 de uretano, muestran en general mayor resistencia
15 y menores ángulos de recuperación de arrugas que las telas impregnadas con los aditivos polímeros Rhoplex K-14 y látex E-502 de uretano, de menor fuerza.

416725



TABLA V

	Aditivo (% sólidos)	Adición (%)	Angulo de recuperación de arrugas, urdimbre + trama (grados)	
			En seco	En húmedo
5	2,5% Rhoplex K-87 ^a	1,8(8,3) ^e	170(296) ^e	195(292) ^e
	5,0% Rhoplex K-87	3,1(9,7)	177(296)	204(300)
	7,5% Rhoplex K-87	4,1(11,1)	191(294)	206(303)
	10,0% Rhoplex K-87	5,4(12,8)	190(300)	217(301)
10	2,5% Rhoplex K-14 ^b	1,0(7,6)	191(265)	188(258)
	5,0% Rhoplex K-14	2,5(8,6)	206(280)	218(261)
	7,5% Rhoplex K-14	2,9(9,4)	222(280)	217(283)
	10,0% Rhoplex K-14	4,3(11,6)	225(274)	235(279)
15	2,5% U. L. P-501 ^c	0,9(8,3)	184(284)	204(274)
	5,0% U. L. P-501	2,4(10,2)	205(288)	224(281)
	7,5% U. L. P-501	3,8(12,0)	204(293)	238(296)
	10,0% U. L. P-501	5,0(13,4)	222(288)	254(298)
20	2,5% U. L. E-502 ^d	2,1(6,4)	206(268)	222(264)
	5,0% U. L. E-502	3,2(8,4)	214(285)	232(286)
	7,5% U. L. E-502	4,4(10,3)	235(298)	259(293)
	10,0% U. L. E-502	5,2(12,5)	227(302)	263(305)
	Control	n.d.	149	154

25

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA V (continuación)

Resistencia a la tracción (% de retención)		
Urdimbre	Trama	
5	90(74) ^e	97(66) ^e
	89(74)	108(71)
	91(73)	100(70)
	94(78)	95(77)
10	79(71)	91(68)
	74(73)	83(68)
	75(68)	83(59)
	77(69)	79(66)
15	94(74)	101(74)
	94(81)	101(75)
	98(82)	98(81)
	96(85)	98(78)
20	89(72)	93(76)
	78(77)	89(66)
	81(72)	94(66)
	82(71)	89(69)
	100	100

416725



- a - resina acrílica disponible de Rohm and Haas Co.
- b - emulsión acrílica disponible de Rohm and Haas Co.
- c - Látex P-501 de uretano disponible de Wyandotte Chemical Corp.
- 5 d - Látex E-502 de uretano disponible de Wyandotte Chemical Corp.
- e - Las cifras entre paréntesis indican valores para tela tratada en presencia de urea (10% basado en el peso del baño de impregnación).

10

EJEMPLO VI

En este Ejemplo se consideraron el efecto del tiempo y/o lavado entre la exposición al vapor de formaldehído y la etapa de calentamiento posterior.

15

Unas muestras de la tela del Ejemplo I fueron impregnadas con una solución acuosa que contenía 10% en peso de urea y 10% en peso de látex E-502 de uretano. Las muestras impregnadas fueron secadas hasta un contenido de humedad de aproximadamente 7 por ciento, fueron planchadas y expuestas a una atmósfera con 100 por ciento de vapor de formaldehído durante 2 minutos a 120°C. Las muestras fueron mantenidas durante tiempos variables, y luego fueron calentadas posteriormente en aire a 150°C durante 5 minutos. Los resultados se muestran en la Tabla VI-A.

20

25

Los resultados obtenidos indican que las telas impregnadas no fueron afectadas por retrasar la etapa de ca

416725



lentamiento posterior, dado que las propiedades resultantes fueron esencialmente las mismas (y dentro de los límites de error experimental), ya fuese la tela calentada posteriormente de inmediato, o después de 6 días.

5 Unas muestras de la misma tela que antes fueron impregnadas, secadas y expuestas a formaldehído gaseoso de la misma manera que antes, y fueron lavadas inmediatamente después de exposición a los vapores de formaldehído. La muestra I no fue calentada posteriormente. La muestra II fué
10 calentada posteriormente durante 5 minutos a 150°C, y lavada de nuevo.

 Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla VI-B. Aunque ambas muestras presentan mayores ángulos de recuperación de arrugas y clasificaciones de planchado duradero, en comparación con el testigo sin tratar, ambas muestras
15 presentan propiedades inaceptables para materiales comerciales de planchado duradero. Ambas muestras presentan también propiedades sustancialmente menores que las muestras de la Tabla VI-A. Además, estos datos muestran que el calentamiento posterior solo mejora moderadamente las propiedades de
20 planchado duradero de una muestra lavada.

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA VI-A

	Tiempo entre exposición a formaldehído gaseoso y calentamiento posterior, horas	Angulos de recuperación de arrugas (urdimbre + trama), grados		Clasificaciones de planchado furadero
		En seco	En húmedo	
5	0	292	297	4,1
	1	293	310	4,1
	2	288	314	4,1
	4	286	327	4,1
	6	285	301	4,0
10	24	274	316	4,0
	72	309	315	4,0
	144	299	330	4,0
	Testigo sin tratar	149	154	1,5

15

TABLA VI-B

	Muestra	Angulo de recuperación de arrugas (urdimbre + trama), grados		Clasificaciones de planchado duradero
		En seco	En húmedo	
20	I	230	265	3,1
	II	245	281	3,2
	Testigo sin tratar	149	154	1,5

24.8.73
C.M.H.

416725



EJEMPLO VII

5 En este Ejemplo se consideraron la interacción de la impregnación de la amida, impregnación del aditivo polímero y contacto con formaldehído gaseoso. Los variados tratamientos aplicados a las muestras de tela, así como los resultados obtenidos, se muestran en la Tabla VII.

24.8.73
C.M.H.

416725



TABLA VII

	Trata- miento previo	Trata- miento poste- rior	Tiem- po de exposi- ción a formal- dehido ^a (min)	Angulo de recuperación de arrugas (grados)		Resistencia a la trac- ción (% de retención)
				En seco	En húmedo	
5	Ninguno	Ninguno	1	145	172	97
			5	142	164	88
			10	133	166	86
			15	142	164	99
			20	143	170	95
10	10% E-502 ^b	Ninguno	0	190	167	88
			1	236	260	85
			5	235	259	89
			10	246	266	86
			15	263	284	83
			20	252	280	82
			20	10% Urea	Ninguno	1
			2	262	248	70
			3	251	243	72
			4	270	250	76

416725



TABLA VII (continuación)

	Tratamiento previo	Tratamiento posterior	Tiempo de exposición a formaldehido ^a (min)	Angulo de recuperación de arrugas (grados)		Resistencia a la tracción (% de retención)
				En seco	En húmedo	
5	10% Urea	10% E-502 ^b	1	298	285	50
			2	288	277	67
10			3	291	279	69
			4	294	280	62
	10% Urea + 10% E-502 ^b	Ninguno	1	280	289	71
			2	296	302	70
			3	307	308	69
15			4	303	310	66

- a. Todas las telas calentadas posteriormente durante 5 min a 150°C
- 20 b. Tanto por ciento de sólidos en soluciones acuosas
- Como se muestra aquí, las muestras de la tela del Ejemplo 1 expuestas a formaldehido gaseoso durante 1 a 20 minutos a 120°C, sin impregnación previa con el monómero ni aditivo polímero superficial, no presentaron aumentos de
- 25 los ángulos de recuperación de arrugas (denominados en lo

416725



sucesivo ARAs), incluso tras 20 minutos de tratamiento. Sin embargo, estas telas sufrieron pérdidas de resistencia a la tracción de 1 a 14 por ciento, respectivamente.

5 Las telas impregnadas con una solución acuosa que contenía 10 por ciento (sólidos) de látex E-502 de uretano, expuestas a vapor de formaldehído durante 5 a 20 minutos y calentadas posteriormente durante 5 minutos a 150°C, presentaron grados moderados de ángulos de recuperación (235 -
10 263° en seco y 259 - 280° en húmedo), lo que indica probablemente una interacción química entre el látex de uretano, formaldehído y celulosa. Aunque los ARAs en seco resultaron ser no duraderos al lavado, los ARAs en húmedo estaban sin cambiar tras 10 ciclos de lavado. La pérdida de resistencia a la tracción presentada por estas muestras era entre 11 y
15 18 por ciento.

En otra parte del experimento, las telas fueron impregnadas con una solución de urea al 10 por ciento, secadas hasta un contenido de humedad de aproximadamente 7 por ciento, expuestas a formaldehído gaseoso durante 1 a 4
20 minutos a 120°C, y calentadas posteriormente durante 5 minutos a 150°C. Estas telas mostraron también ARAs solo moderados, pero mayores pérdidas de resistencia en telas tratadas con formaldehído en presencia del látex de uretano solo.

25 Para estudiar el efecto de aplicar el látex de uretano a telas que habían sido tratadas con el sistema de urea

416725

19



5 formaldehído, en ausencia de aditivo polímero, unas
telas del experimento anterior fueron impregnadas de
nuevo con una solución acuosa que contiene látex E-502
de uretano con 10 por ciento de sólidos, secadas y
10 curadas luego durante 5 minutos a 150°C. Como se mues-
tra en la Tabla VII, los ARAs en seco y en húmedo aumen-
taron en aproximadamente 30% cada uno, mientras que
las resistencias a la tracción disminuyeron 3 a 10
por ciento. Tras 10 ciclos de lavado, la mayoría de las
propiedades mostraron poco cambio.

15 Los principios, realizaciones preferidas y
formas de operación de la presente invención han sido
descritos en la memoria descriptiva precedente. La in-
vención que se pretende proteger por la presente, sin em-
bargo, no ha de ser considerada como limitada a las for-
mas concretas expuestas, dado que estas han de ser con-
sideradas como ilustrativas en lugar de restrictivas.
Los expertos en la técnica pueden hacer variaciones y
cambios sin salir del espíritu de la invención.

20 La presente solicitud, que corresponde a la
presentada en Estados Unidos de América, el 13 de Ju-
lio de 1972, bajo el nº 271.237, se acoge a los bene-
ficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Pro-
piedad Industrial.

25

15.10.73
MCM

416725



REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se pre-
sentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de
Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogén
en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento no catalítico para mejorar
las características de estabilidad dimensional, resistencia
al arrugado, secado uniforme y retentividad total de forma
de un tejido que contiene fibras celulósicas, que comprende:
(a) aplicar a una tela que contiene fibra celulósica una so-
lución acuosa, exenta de catalizador, de un compuesto de ami-
15 da monómero que tenga al menos un hidrógeno activo y que reac-
cione con formaldehído; (b) exponer la tela impregnada a una
atmósfera que contiene vapores de formaldehído, en ausencia
de catalizador, hasta que se fije sobre dicha tela, sin efec-
tuar ninguna cantidad sustancial de reticulación con la fi-
20 bra celulósica, una cantidad que impida las arrugas de un
condensado, al menos parcialmente polimerizado, del compues-
to de amida monómero y formaldehído, en forma sustancialmen-
te insoluble en agua; y (c) calentar posteriormente dicha
25 tela en una atmósfera gaseosa inerte, en ausencia de catali-
zador, a una temperatura de aproximadamente 100 a aproxima-

CMH

24.8.73
C.M.H.

416725



damente 180°C, durante aproximadamente 1 a aproximadamente 20 minutos para polimerizar adicionalmente y reticular la tela.

5 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, don
de dicha amida es urea, y además donde dicha tela se impreg
na con la solución acuosa de urea de manera que se produzca
una adición en seco de entre aproximadamente 0,5 y 25 por
ciento en peso de la tela.

10 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, don
de se da a dicha tela impregnada la forma de una prenda de
vestir, antes de la exposición a los vapores de formaldehi
do.

15 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, don
de dicha tela se impregna también, antes de la exposición a
los vapores de formaldehido, con una solución acuosa de un
aditivo polímero.

20 5ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, don
de dicha tela impregnada se seca hasta un contenido de hume
dad de aproximadamente 2 a aproximadamente 100 por ciento
en peso del material de tela celulósico seco, antes de la
exposición a la atmósfera que contiene vapor de formaldehi
do.

25 6ª.- Procedimiento no catalítico según la reivin
dicación 3ª, donde dicha prenda de vestir impregnada se ex
pone a una atmósfera que contiene vapores de formaldehido,

ME

24.8.73
C.M.H.

416725



5 en ausencia de catalizador, a una temperatura de aproximada-
mente 100 a 160°C, durante de aproximadamente 0,1 a aproxi-
madamente 60 minutos, hasta que se fije sobre dicha tela,
sin efectuar ninguna cantidad sustancial de reticulación con
la fibra celulósica, una cantidad que impida las arrugas de
un condensado, al menos parcialmente polimerizado, del com-
puesto de amida monómero y formaldehído, en forma sustancial-
mente insoluble en agua.

10 7ª.- Procedimiento no catalítico según la reivin-
dicación 6ª, donde dicha amida es urea.

15 8ª.- Procedimiento no catalítico según la reivin-
dicación 6ª, donde dicha tela impregnada se seca hasta un
contenido de humedad de aproximadamente 3 a aproximadamente
65 por ciento en peso de la tela que contiene fibra celuló-
sica seca, antes de la exposición a la atmósfera que contie-
ne vapor de formaldehído, y dicha tela impregnada se expone
a dichos vapores de formaldehído durante un tiempo de apro-
ximadamente 0,5 a aproximadamente 20 minutos.

20 9ª.- Procedimiento no catalítico según la reivin-
dicación 1ª, donde dicha solución acuosa exenta de cataliza-
dor, aplicada a la tela que contiene fibras celulósicas, con-
tiene de aproximadamente 5 a aproximadamente 15 por ciento
en peso de la solución de urea y de aproximadamente 5 a apro-
ximadamente 15 por ciento de un aditivo polímero; la tela im-
25 pregnada secada se expone a una atmósfera en fase vapor con

ME

24.8.73
C.M.H.

416725



5 sistente esencialmente en vapores de formaldehído, en una zona de reacción no catalizada mantenida a una temperatura de aproximadamente 105 a aproximadamente 120°C, durante un tiempo de aproximadamente 1 a 5 minutos, hasta que se fije sobre dicha tela, sin ninguna reticulación sustancial con la fibra celulósica, una cantidad que impida las arrugas de un condensado de amida-formaldehído, al menos parcialmente polimerizado, en forma sustancialmente insoluble en agua; e inmediatamente después la tela se calienta posteriormente en una atmósfera gaseosa inerte, en ausencia de catalizador, a una temperatura de aproximadamente 140 a aproximadamente 160°C, durante un tiempo de aproximadamente 3 a aproximadamente 10 minutos, para polimerizar adicionalmente y reticular dicha tela.

10
15 10ª.- Un procedimiento no catalítico para mejorar las características de estabilidad dimensional, resistencia al arrugado, secado uniforme y retentividad total de forma de un tejido que contiene fibras celulósicas.

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

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

- 1 1973

25 Madrid,
P.A.

Fernando de Alencastro
Per F. *[Handwritten signature]*

[Handwritten initials]

24.8.73
C.M.H.