



PATENTE DE INVENCION

Fall 170

419414

419414

Memoria Descriptiva

sobre:

Int. Cl.²: D 06 M

PROCEDIMIENTO PARA EL APRESTO ANTIARRUGABLE DE MATERIALES TEXTILES.

Solicitante: CHEMISCHE FABRIK PFERSEE GMBH., entidad alemana, residente en Färberstr 4, 89 Augsburg, República Federal Alemana.

5. Ya se conoce desde hace tiempo el apresto antiarrugable de los textiles que contienen celulosa mediante el empleo de precondensados resinosos. Como precondensados resinosos se emplean, por lo general, aquellos que bajo los efectos de calor, y por adición de catalizadores, reaccionan consigo mismos bajo la formación de resinas hidrosolubles o bajo reticulación con la celulosa. Para esta fina-



419414

lidad se emplean los más distintos derivados N-metilólicos de compuestos nitrogenados, pudiéndose presentar también los grupos metilólicos en forma eterificada. Como ejemplos de

las sustancias de partida, en que se basan los compuestos

5. metilólicos, sean mencionadas la úrea y los derivados de úrea, tales como la etilen- y propilenúrea cíclicas, que pueden contener también sustituyentes, tales como grupos hidroxilo, en el grupo alquileo, las uronas y las resinas triazónicas, en caso dado sustituidas, así como la melamina. Además, las resinas libres de nitrógeno, tales como las resinas acetálicas, han alcanzado también una cierta importancia.

El procedimiento en general más empleado para el apresto antiarrugable de los textiles consiste en impregnar el material textil con soluciones acuosas de tales precondensados resinosos que contienen un catalizador de efecto ácido, exprimirle a la recepción de flota deseada, secar y a continuación calentar a una temperatura elevada para su endurecimiento, respectivamente su reticulación con la fibra, desarrollando su efecto el catalizador empleado ante todo en la etapa de calentamiento.

15. Una modificación del procedimiento descrito consiste en la disposición de un periodo de tiempo más largo entre el secado y el endurecimiento durante el cual el material previamente tratado se somete a determinadas medidas de elaboración industrial, tal como especialmente su confección
- 25.



a la prenda de vestir terminada. Este procedimiento se denomina como de "endurecimiento retardado".

Los mencionados compuestos N-metilólicos no son equivalentes entre sí.

5. Unos dan una relación desfavorable entre la reposición a las arrugas y la resistencia a la rotura, o las propiedades de desarrugado no son suficientemente estables al lavado, otros, a su vez, son sensibles a los agentes de lavado clorados y otros, por el contrario, influyen el grado de blancura de los textiles tratados con ellos e influyen desfavorablemente la solidez a la luz de los textiles teñidos; es decir, en otras palabras, que para la finalidad deseada, se deben seleccionar en cada caso los condensados resinosos, así como las mezclas de los condensados resinosos que sean mejor adecuados. Hay que elegir, además, la elección correcta del catalizador.
- 10.
- 15.

Entre los catalizadores se seleccionan como anteriormente se ha mencionado brevemente- por lo general los así llamados catalizadores ácidos en potencia, éstos son aquellos que desarrollan su eficacia solo bajo calor. Como ejemplos de éstos, sean mencionados aquí el cloruro de magnesio, el cloruro de zinc, el nitrato de zinc, así como las sales amónicas y las sales amínicas.

20.

También se ha propuesto el agregar a estos catalizadores sales inorgánicas inertes, tales como cloruro so-

25.

419414



- dico, cloruro de litio, cloruro de calcio y dihidrogenofosfato sódico, al aprestar con los compuestos N-metilólicos arriba mencionados, ya que de esta manera se logra una mayor capacidad de retención de la humedad por el tejido aprestado. Independientemente de que el cloruro de calcio y también el dihidrogenofosfato sódico mismos no se pueden considerar como "inertes", ya que ellos mismos actúan como catalizadores, si bien en forma débil, estas sales inertes se han de emplear en cantidades desproporcionalmente grandes para que cumplan la finalidad deseada. Esto implica, sin embargo, que estas sales se han de retirar por lavado después del apresto, lo que exige un proceso de trabajo adicional, o bien este modo de trabajo resulta prácticamente imposible en el procedimiento de "endurecimiento retardado".
- 5.
- 10.
15. La 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxietilenúrea ha alcanzado en los últimos tiempos una importancia especial para el procedimiento descrito al principio. Pero en este precondensado resinoso, cuyos grupos N-metilol e hidroxilo también pueden estar eterificados tanto parcial como totalmente con
20. alcoholes inferiores, se presenta el problema de que en la mercancía blanca el grado de blancura sufre considerablemente y en la mercancía de color se observan desplazamientos de la tonalidad de color durante el tratamiento térmico.
- Sorprendentemente se ha descubierto ahora que estas desventajas se evitan si a los baños de tratamiento que
- 25.

419414



5. contienen 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxietilenúres, cuyos grupos hidroxilo y metilol pueden estar tanto parcial como totalmente eterificados por alcoholes inferiores, monovalentes, alifáticos, con 1 - 3 átomos de carbono, y contienen catalizadores ácidos potenciales, se les agregan tanto cloruros alcalinos como bromuros de sodio y de potasio, especialmente NaCl y KCl. Además de la dimetiloldihidroxi-etileno-éter se pueden emplear al mismo tiempo otros precondensados conocidos para el tratamiento de textiles.
10. El procedimiento de la presente invención para el apresto antiarrugable de material textil, que contiene celulosa, mediante la aplicación de flotas de apresto acuosas, que contienen derivados N-metilólicos de compuestos nitrogenados, pudiéndose presentar los grupos metilol también en forma eterificada, catalizadores ácidos potenciales, sales metálicas inertes, inorgánicas y en caso dado resinas acetálicas, secado y calentamiento a temperatura elevada, disponiéndose entre el secado y el calentamiento una ulterior elaboración del material textil, especialmente su confección a la vestimenta terminada, se caracteriza, por lo tanto, porque como derivados N-metilólicos de compuestos nitrogenados se emplea 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etileno-éter, cuyos grupos hidroxilo y metilol pueden estar tanto parcial como totalmente eterificados por alcoholes monovalentes, alifáticos, con 1 - 3 átomos de carbono, y como sales metálicas
- 15.
- 20.
- 25.



- inertes, inorgánicas, tanto los cloruros alcalinos como los bromuros de sodio y de potasio en una cantidad de 1 a 12 % en peso, referido a los derivados N-metilólicos, calculado como sustancias anhidras, en caso dado junto con derivados
5. N-metilólicos de otros compuestos nitrogenados, ascendiendo sin embargo la proporción de la 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi etilenúrea como mínimo a un 40 % en peso de la suma de los derivados N-metilólicos empleados, calculado como sustancias anhidras.
10. Sorprendentemente el material textil tratado según el procedimiento de la presente invención no muestra prácticamente ningún amarilleamiento y sobre la mercancía en color no se presenta practicamente ninguna variación de la tonalidad de color. Los textiles así aprestados muestran
15. por regla general un comportamiento ventajoso al ser lavados con agentes de lavado clorados. Además, por la adición de las sales neutras no se influncian practicamente las propiedades de inarrugabilidad y el comportamiento al "wash and wear".
20. Las mencionadas sales alcalinas se emplean en cantidades de un 1 a 12, especialmente de un 2 a 8 % en peso, referido a los derivados N-metilólicos, calculado como sustancias anhidras. Han demostrado ser especialmente adecuados el cloruro de sodio y de potasio.
25. Sea destacada la posibilidad de agregar desde



un principio las sales metálicas inertes, inorgánicas, a la solución concentrada de la dimetiloldihidroxi etilénúrea distribuida como producto comercial que, como mas adelante se indica detalladamente, puede contener en caso dado otros

5. precondensados resinosos, con lo cual se simplifica mas aún la aplicación en la práctica.

Como ya se ha mencionado, la 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi etilénúrea se puede presentar también en forma tanto parcial como totalmente eterificada por alcoholes monovalentes con 1 - 3 átomos de carbono. Tales productos son

10. asimismo conocidos para el tratamiento de textiles. Además, tanto los productos comerciales como las flotas de tratamiento preparadas con ellos pueden contener asimismo alcoholes monovalentes con 1 - 3 átomos de carbono, bien sea porque provienen de su obtención, o bien para producir durante

15. el tratamiento una humectación mas rápida del material textil a tratar.

Como catalizadores de efecto ácido en la consideración los catalizadores usualmente conocidos para el endurecimiento de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi etilénúrea en el tratamiento de textiles, tales como sales metálicas ácidas potenciales y sales amónicas y sales de aminas, siendo especialmente adecuadas, por una parte, el nitrato de zinc y, por otra parte, el cloruro de magnesio y el cloruro

20. de zinc.

25.



- Como ya se ha mencionado, también es posible sustituir una parte de la dimetiloldihidroxi-etilenúrea por otros precondensados resinosos usuales para el tratamiento de textiles que reticulen en condiciones ácidas bajo calor consigo mismo o con el material textil. Sin embargo, la proporción de la dimetiloldihidroxi-etilenúrea debiera ascender como mínimo a un 40 % en peso, especialmente como mínimo a un 60 % en peso, referido a la suma de dimetiloldihidroxi-etilenúrea y otros precondensados resinosos.
- 5.
10. Como ulteriores precondensados sean mencionados, por ejemplo, los compuestos N-metilólicos eventualmente eterificados con alcoholes inferiores monovalentes de la úrea, etilen-, propilen-, 5-hidroxi-propilenúrea, de los alquil- e hidroxialquilcarbamatos y de la tetrahidrotriazinona. Han
15. demostrado ser especialmente adecuados los compuestos metilólicos hidrosolubles de la melamina con 4 grupos metilólicos como mínimo, estando los grupos metilólicos eterificados tanto parcial como totalmente con alcoholes inferiores, monovalentes, alifáticos con 1 a 3 átomos de carbono, ya que en
20. estos se destacan con especial claridad, por una parte, las ventajas de un buen grado de blancura y del muy reducido desplazamiento de la totalidad de color y, por otra parte, la favorable estabilidad al cloro y la seguridad de servicio con respecto al margen de condensación, así como una
25. relación mas favorable entre el efecto y la resistencia,



donde los distintos efectos no solo se suman sino que se influencian favorablemente entre si.

5. Además, también son adecuadas las resinas libres de nitrógeno, tales como las resinas acetálicas y los semi-acetales, esto es, los productos que se obtienen por reacción de formaldehido con alcoholes tanto mono- como polivalentes.

10. Naturalmente también es posible agregar a los baños de tratamiento, para el tratamiento de material textil que contiene celulosa, agentes de ennoblecimiento usuales, tales como aditivos mejoradores del tacto, agentes hidrofobizantes y oleofobizantes, agentes antiinflamatorios, blanqueadores ópticos y similares.

15. Bajo materiales textiles conteniendo celulosa se han de entender tejidos, tricotados y vellones que contienen o se componen como mínimo de un 15 % en peso de algodón, celulosa regenerada o lino. El material textil laminar puede contener, por lo tanto, hasta un 85 % en peso de fibras de otra clase, especialmente de fibras sintéticas.

20. El tratamiento del material textil se efectúa en la forma usual según el procedimiento de condensación en seco, aplicándose la flota de tratamiento sobre el material textil, por ejemplo, por inmersión; a continuación se exprime a la recepción de flota deseada, se seca y se calienta a
25. temperaturas desde unos 140° a 190° C durante unos 10 segun-



- dos hasta 10 minutos para endurecer la dimetiloldihidroxi-
etilenúrea, o bien sus mezclas, con los demás precondensa-
dos. El procedimiento según la presente invención también
es adecuado, como ya se ha mencionado, para el proceso de
5. endurecimiento retardado. Este se diferencia del procedi-
miento de condensación en seco en que mediante un secado
cuidadoso se evita un endurecimiento prematuro de la dime-
tiloldihidroxi-etilenúrea y el endurecimiento se efectúa so-
lo después de unas ulteriores etapas de elaboración, espe-
cialmente después de la confección, por calentamiento me-
diante aire caliente, vapor o calor por contacto, a una tem-
peratura elevada. Entre el secado y el endurecimiento puede
transcurrir un periodo de tiempo de varios meses.
- 10.

- La aplicación de la flota se puede efectuar na-
turalmente también en otra forma, por ejemplo, por pulveri-
zación, salpicado o estampación.
- 15.

En los ejemplos siguientes se emplean, para la
evaluación de los efectos técnicos, los siguientes métodos
de ensayo:

20. Angulo de arrugado en seco (promedio entre trama
y urdimbre) según DIN 53890,
Angulo de arrugado en húmedo según GÜTV (Güte-
zeichenverband Textilveredlung e.V.),
Comportamiento al "wash and wear": evaluación
después de 5 lavados a máquina a 90° C; evaluación de las
- 25.



muestras secadas según "Monsanto Standard".

- Enjuiciamiento del grado de blancura según escala de blancura GEIGY de 50 a 260, siendo 50 un blanco muy malo tirando a amarillo y 260 el blanco máximo lográble con blanqueadores ópticos (A. Röchle y and. TEXTILVEREDLUNG 2, nº 9, pági. 719 - 729).
- 5.

Ejemplo 1

- Un popelín de algodón puro, mercerizado, blanqueado y previamente blanqueado ópticamente, con un peso por m² de 126 g., se trata con una flota por impregnación y exprimido a un 70 % de recepción de flota, que, por litro, contiene 150 g. de la resina reactante indicada mas abajo, 20 g de hexahidrato de cloruro de magnesio y 0,5 cc de ácido acético al 60 %. La resina reactante empleada representa una solución acuosa al 44 % de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilén úrea en la cual se ha disuelto un 3 % de sal común, referido a la resina reactante, calculado como sustancia anhidra. El tejido así tratado se seca a continuación a 110° C y se condensa durante 3 minutos a 180° C (Apresto A).
- 10.
- 15.

- Como comparación se aprestan secciones del mismo popelín de algodón en igual forma pero sin la adición de la sal común (Apresto B).
- 20.

- De las cifras dadas a continuación se desprende la superioridad del procedimiento según la presente invención; en el caso de la resina reactante con adición de sal
- 25.



común se obtienen tanto un buen grado de blancura como también efectos óptimos de antiarrugamiento y "wash and wear".

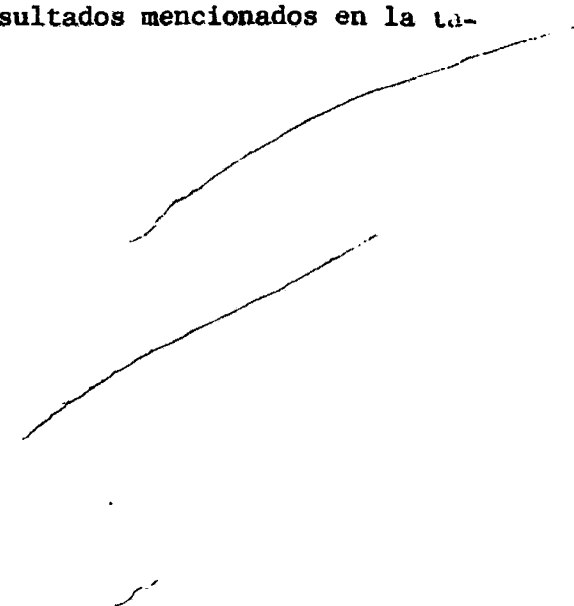
	Angulo de arrugado Ø trama + urdimbre		Efecto "wash and wear" (Nota según Monsanto)	Grado de blancura
	seco	húmedo		
5. A) según la invención	142	138	4,6	220
B) estado de la técnica	141	140	4,5	190

Ejemplo 2

10. Una batista de algodón (peso por m², 98 g.) al 100 %, teñida con ANTHRASOLBLAU IBC (C.I. 69826), se impregna con una flota y se exprime a una recepción de flota de un 68 %, que contiene, por litro, 80 g. de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxietilénúrea (al 100 %), 4 g. de cloruro potásico, 2 cc de ácido acético al 60 % y 12 g. de hexahidrato de nitrato de cinc. A continuación, se seca a 120° C y se condensa durante 5 minutos a 165° C (Apresto A).

15. Como comparación se apresta una batista de algodón, teñida de modo similar, en forma exactamente correspondiente, con la única diferencia de que la flota no contiene ninguna sal neutra (Apresto B).

20. Se hallaron los resultados mencionados en la tabla dada a continuación:

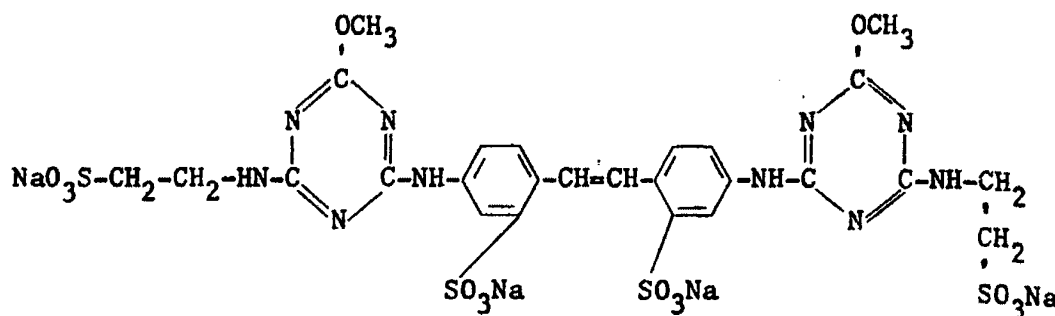




	Angulo de arrugado Ø trama + urdimbre		Efecto "wash and wear" (Monsanto)	Cambio de tono de color
	seco	húmedo		
5. A) según la invención	142	144	4,6	muy reducido
B) estado de la técnica	146	145	4,7	muy elevado

Ejemplo 3

10. Un popelín de poliéster/algodón blanqueado (50 : 50) con un peso, por m², de 102 g, se foularda con una flota bajo un efecto exprimidor de un 62 %, que, por litro, contiene 200 g. de la resina dada a continuación, 30 g. de una emulsión no ionógena al 20 % de polietileno, 15 g. de cloruro de cinc, 6 g/l de un blanqueador optico de formula



15. en forma usual en el mercado (contenido en sustancia activa: practicamente un 100 %) y 1 cc de acido acetico al 60 %. La resina representa una solucion acuosa que contiene un 32 % de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilenúrea, 10 % de trimetiléter de pentametilmelamina y un 2 % de sal común



(referido al precondensado resinoso anhidro). El tejido se seca a continuación y se condensa durante 2½ minutos a 170° C. (Apresto A).

5. Como comparación se prepara sobre el mismo tejido, bajo las mismas condiciones, un apresto con la única diferencia de que la flota de tratamiento no contiene sal común (Apresto B).

Los resultados obtenidos se resumen en la tabla dada a continuación:

10.	Resistencia al rasgado según Schopper Trama	Angulo de arrugado Ø trama + urdimbre seco	húmedo	Efecto "wash and wear"	Grado de blancura
A) según la invención	31 kg	147	144	4,7	240
B) estado de la técnica	29 kg	148	142	4,7	220

15.

Ejemplo 4

El popelín descrito en el ejemplo 3 se apresta según el ejemplo 3, una vez con adición de sal común (apresto A) y una vez sin adición de sal común (Apresto B), con la única diferencia de que en lugar de 15 g/l de cloruro de cinc se emplean 15 g/l de hexahidrato de nitrato de cinc. En este caso se aprecia, en el enjuiciamiento del grado de blancura, una mejora aún mayor por la adición de la sal neutra.

20.



419414

Grado de blancura

Apresto A 230

Apresto B 190

Ejemplo 5

5. Un tejido de Helanca/celulosa teñido (70:30) se trata por inmersión y exprimido a una recepción de flota de un 75 %, con una flota conteniendo, por litro, 180 g. de una solución acuosa al 44 % de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxietilén úrea, 9 g. de cloruro de litio, 4 g. de hidrocioruro de 2-
10. metil-2-aminopropanol, 3 g. de alcohol polivinílico con un peso molecular de 1700 y un grado de saponificación de un 99 %, así como 20 g. de una emulsión no ionógena, de partículas finas, al 25 %, de amida de ácido esteárico. El tejido foulardado se seca a continuación a 110° C y solo después
15. de un almacenamiento de 4 semanas y confeccionar en forma de un pantalón prensado, se condensa durante 8 minutos a 160° C.

El pantalón así aprestado muestra un excelente comportamiento al "wash and wear", buena permanencia de la

20. raya del pantalón durante el lavado; el cambio de tono de color debido al calentamiento no es digno de mención y también la pérdida a la resistencia a la abrasión es reducida.

Ejemplo 6

- Se repite el ejemplo 5 con la diferencia de que
25. como sal neutra se emplea bromuro de sodio. También en el

**POOR
QUALITY**



caso del bromuro de sodio, se obtienen los mismos buenos resultados.

Ejemplo 7

- Una muselina de celulosa/poliéster (67:33) previamente blanqueada ópticamente, con un peso, por m², de 152 g, se salpica con una flota (aplicación un 35 %) que, por litro, contiene 50 g. de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilénúrea, 20 g. de disemiformal de etilenglicol, 30 g. de dimetilolúrea, 2 g. de cloruro sódico así como 20 g. de cloruro de cinc. Después se seca y se condensa durante 2 minutos a 165° C. El apresto muestra una elevada elasticidad y un buen grado de blancura.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 7 de octubre de 1972, bajo el número P 22 49 272.4 ; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre : PROCEDIMIENTO PARA EL APRESTO ANTIARRUGABLE

419414



DE MATERIALES TEXTILES; caracterizándose por lo siguiente:

- 1.- Procedimiento para el apresto antiarrugable de materiales textiles, que contienen celulosa, mediante aplicación de flotas de apresto acuosas, que contienen
5. derivados N-metilólicos de compuestos nitrogenados, pudiéndose presentar también los grupos metilol en forma eterificada, catalizadores ácidos potenciales, sales metálicas inertes inorgánicas y en caso dado resinas acetálicas; secado; y calentamiento a temperatura elevada; disponiéndose entre
10. el secado y el calentamiento una ulterior elaboración del material textil, especialmente una confección a la vestimenta terminada; caracterizado porque como derivados N-metilólicos de compuestos nitrogenados, se emplea 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilénúrea, cuyos grupos hidroxilo y grupos me-
15. tilólicos, tanto parcial como totalmente, pueden estar eterificados con alcoholes monovalentes, alifáticos, con 1 - 3 átomos de carbono, y como sales metálicas inertes inorgánicas se emplean tanto cloruros alcalinos como bromuros de sodio y potasio, en una cantidad de un 1 a 12 % en peso, referido a los derivados N-metilólicos, calculado como sustancias
20. anhidras, en caso dado junto con derivados N-metilólicos de otros compuestos nitrogenados, siendo sin embargo la proporción de la mencionada 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilénúrea de como mínimo un 40 % en peso de la suma de los derivados
25. N-metilólicos empleados, calculado como sustancias anhidras.

MM



2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las sales metálicas inertes inorgánicas se emplean en una cantidad de un 2 a 8 % en peso, referido a los derivados N-metilólicos, calculado como sustancias anhidras.

5.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque las sales metálicas inertes inorgánicas se agregan desde un principio a la solución concentrada de la 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilenúrea, que en caso dado contiene los otros compuestos metilólicos en caso dado eterificados, y las flotas de apresto se preparan en forma simplificada con este producto.

10.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la proporción de la 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilenúrea asciende como mínimo a un 60 % en peso, referido a la suma de los derivados N-metilólicos empleados, calculado como sustancias anhidras.

15.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la flota de apresto contiene, además de la 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilenúrea, cuyos grupos hidroxilo y grupos metilólicos pueden estar tanto parcial como totalmente eterificados con alcoholes monovalentes, alifáticos, con 1 - 3 átomos de carbono, metilol-melaminas con 4 grupos metilólicos como mínimo, estando los grupos metilólicos tanto parcial como totalmente eterifica-

20.

25.

MA

419414



dos con alcoholes monovalentes, alifáticos, con 1 - 3 átomos de carbono, en una cantidad de un 1 a 40 % referido a la suma de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-etilén-urea y metilol-melamina, calculado como sustancias anhidras.

5. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque como sales metálicas inorgánicas se emplea tanto cloruro de sodio como de potasio.

7.- Procedimiento para el apresto antiarrugable de materiales textiles, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10.

Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 9 NOV. 1973

CHEMISCHE FABRIK PFERSSEE GMBH.

A. ZUBER AGENT Y MODELO
p. p. Firmado: L. Ceja Fernández