

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES 11 NUMERO 458.936 10 A1
21 22 FECHA DE PRESENTACION

PATENTE DE INVENCION

F.e. 5.11.78

20 PRIORIDADES: 31 NUMERO 6349/76	23 FECHA 20.5.76	29 PAIS SUIZA
---	---------------------	------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL D06N	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

24 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE SUBSTRATOS TEXTILES CONSTITUIDOS
TOTALMENTE O EN PARTE DE CELULOSA REGENERADA.

71 SOLICITANTE (S)
SANDOZ, A.G.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Basilea, Suiza.

72 INVENTOR (ES)
Paul Komminoth., Tibor Robinson, Milica Urosevic

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

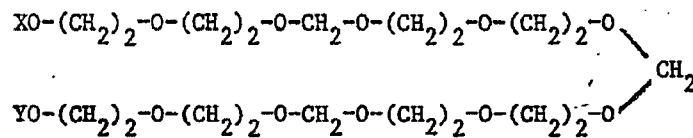
UNE A-4 MOD. 3106

5 JUL. 1978
Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el con-
tenido de la Memoria adjunta.

UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

La presente invención se refiere a un procedimiento para el tratamiento de sustratos textiles constituidos totalmente o en parte de celulosa regenerada, caracterizándose el procedimiento por el hecho de que al sustrato se le aplica un medio acuoso que consta de

- 5 A) un agente de reticulación monómero, hidrosoluble, estable a la hidrólisis, que contiene por lo menos dos grupos N-metilol o N-alcoximetilo, y que es capaz de formar una resina,
- 10 B) un agente de reticulación prepolimerizado, lineal, hidrosoluble, que contiene por lo menos dos grupos N-metilol o N-alcoximetilo, y que es capaz de formar una resina de carga,
- C) un acetal reactivo de fórmula



15 en la que X e Y significan, independientemente la una de la otra, hidrógeno o CH₂OH,

- D) un primer catalizador de reticulación que es una sal de un metal alcalino-térreo de un ácido fuerte, y
- 20 E) un segundo catalizador de reticulación que es una sal de aluminio dando una reacción ácida,

y a continuación se seca el sustrato y se lo somete a una temperatura a la cual la reticulación tiene lugar.

Los compuestos N-metilol, estables a la hidrólisis, utilizados como componente A) son convenientemente los compuestos descritos en "Textil-Veredlung" 3, (8), 414-415 (1968). Como componente A) se utilizan de preferencia los derivados N,N'-dimetilol o N,N'-

dialcoximetilo de la 4,5-dihidroxi- o 4,5-dimetoxietileno-urea, o de la 4-metoxi-5,5-dimetilpropileno-urea, o bien los derivados N,N-dimetilol y N,N-dialcoximetilo de carbamatos, en particular del carbamato de metilo o de etilo. Los derivados N-alcoximetilicos preferidos son aquellos cuya mitad alcoxi contiene de 1 a 5 atomos de carbono, y que se preparan ventajosamente mediante eterificación de los compuestos N-metilol correspondientes con alcoholes apropiados. Como ejemplos pueden citarse los derivados metoximetilo, etoximetilo, n-butoximetilo, n-amiloximetilo e iso-butoximetilo de las alquilenos-ureas mencionadas más arriba.

Los preferidos compuestos para la utilización como componente B) son los precondensados lineales, hidrosolubles, de los derivados N-metilol o N-alcoximetilo de la urea o de la melamina; la longitud de la cadena de estos compuestos debe estar lo suficientemente corta para que puedan penetrar en los espacios intranucleares de la celulosa regenerada por lo menos en parte hinchada. Los componentes B) particularmente preferidos son la dimetilol-urea en forma de dimero, trimero o tetramero, y los derivados alcoxi (C₁-C₅)-metilo correspondientes.

Los compuestos preferidos para utilización como componente D), son el cloruro o el sulfato de calcio o de magnesio, en particular una sal de magnesio, de mayor preferencia el cloruro de magnesio.

Por "sal de aluminio dando una reacción ácida" se entiende una sal de aluminio capaz de reaccionar como donador de protones. Las sales de aluminio preferidas según la presente invención son el cloruro, el sulfato, el dihidrogeno-fosfato, el nitrato y el oxiclорuro de aluminio, en particular el cloruro, el nitrato, el dihidrogeno-fosfato y el sulfato de aluminio, en especial el cloruro de aluminio.

Utilizando los componentes en concentraciones apropiadas, el medio acuoso puede ser una auténtica solución, lo que es

el caso preferido. En efecto, es sorprendente que, en vista de la naturaleza del componente B) normalmente inestable a la hidrólisis, se puedan obtener soluciones apropiadas para utilización en el procedimiento de la invención, con buena estabilidad al almacenaje.

5 De preferencia, las concentraciones de los componentes A), B) y C) en las soluciones según la invención son respectivamente de 10-100 g/litro, 5-50 g/litro y 10-100 g/litro, en particular de 20-50 g/litro, 10-25 g/litro y 20-50 g/litro, de mayor preferencia de 40-50 g/litro, 20-25 g/litro y 40-50 g/litro.

10 Las relaciones en peso de los componentes A:B:C:D:E son ventajosamente de 10-80:5-40:10-80:2,5-20:0,5-4, de preferencia de 20-40:10-20:20-40:5-10:1-2, de mayor preferencia de 1:0,5:1:0,25:0,05 \pm una variación del 25% para cada componente; estas relaciones en peso corresponden a los pesos de los componentes anhidros, aunque, en caso dado, ciertos componentes sean utilizados en forma hidratada como, por ejemplo, el cloruro de magnesio (componente D) será utilizado generalmente en forma de hexahidrato ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), en cuyo caso la cantidad en peso de este compuesto será entre aproximadamente 5 y 40, de preferencia entre 10 y 20, en particular 0,5.

20 Los medios acuosos utilizados en el procedimiento de la invención forman un ulterior aspecto de la invención. Tales medios acuosos se obtienen de preferencia mediante dilución de los concentrados acuosos correspondientes, aunque también es posible añadir individualmente cada componente a agua. Los concentrados acuosos también forman parte de la presente invención.

25 Como concentrados acuosos particularmente preferidos, se pueden citar los que contienen, por 1.000 partes en peso, de 165 a 275 partes en peso de componente A), de 81 a 135 partes en peso de componente B), de 162 a 270 partes en peso de componente C), de 45 a 75 partes en peso de componente D) y de 7,5 a 12,5 partes en peso de componente E); estas relaciones se calculan sobre los pesos de los componentes anhidros y la diferencia hasta 1.000 partes corresponde a la cantidad de agua y de otros aditivos eventualmente presentes, de preferencia a la cantidad de agua únicamente. Estos

concentrados acuosos se presentan en la forma de soluciones limpi-
das, estables al almacenaje.

5 Aparte de los componentes A), B), C), D) y E) indicados
más arriba, el medio acuoso para aplicación al sustrato puede con-
tener asimismo los agentes de acabado habituales, tales como blan-
queadores ópticos, agentes antedenslizantes, agentes para el mejora-
miento de la resistencia a la abrasión y a la rotura, agentes soil
release y agentes hidrófugos. Estos adyuvantes se añaden por lo ge-
neral al medio acuoso inmediatamente antes de tratar el sustrato
10 según el procedimiento de la invención. Sin embargo, cuando estos
adyuvantes son solubles en agua y compatibles con los componentes
A), B), C), D) y E), ellos pueden ser incorporados a los concentra-
dos acuosos de la invención.

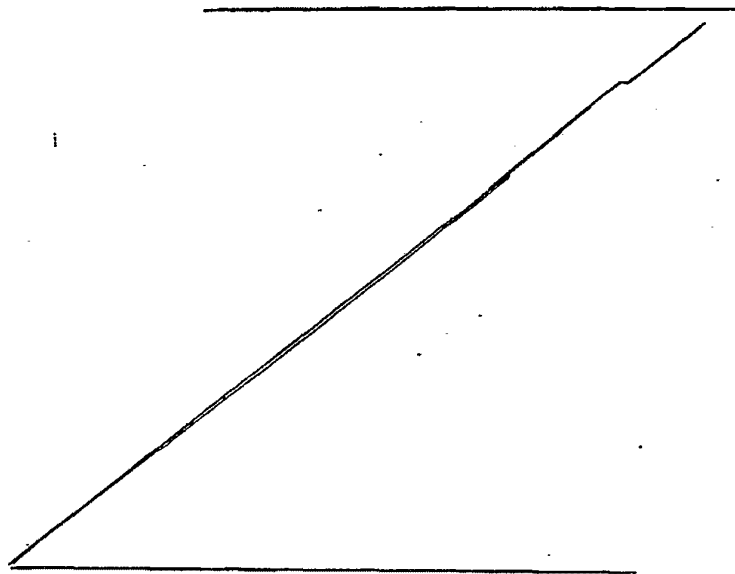
15 De acuerdo con el procedimiento de la invención, la apli-
cación del medio acuoso al sustrato a tratar puede efectuarse se-
gún métodos conocidos. Así, se puede impregnar el sustrato a tra-
tar, por ejemplo, según el procedimiento por fulardado. A continua-
ción se exprime el sustrato hasta una absorción comprendida entre
un 60 y 120%, de preferencia entre un 70 y 100%, en particular
20 entre un 85 y 90%, dependiendo, desde luego, de la naturaleza del
sustrato, por ejemplo la cantidad de celulosa no regenerada con-
tenida en él, el procedimiento de aplicación adoptado y la concen-
tración de los agentes de reticulación contenidos en el medio. Des-
pués de la aplicación del medio al sustrato, llevado a cabo nor-
malmente a la temperatura ambiente, se procede al secado del sub-
strato y a la reticulación. Cuando se efectúan el secado y la re-
25 ticulación en dos etapas, se procede de la manera siguiente: el
secado se efectúa ventajosamente a una temperatura comprendida
entre 70 y 120° y, para provocar la reticulación de las resinas,
se calienta el sustrato generalmente durante 2 a 8 minutos hasta
30 una temperatura comprendida entre 130 y 180°. Se puede efectuar
asimismo una reticulación rápida, tratándo el sustrato durante
30 a 60 segundos a una temperatura de 180° a 200°. Cuando el se-
cado y la reticulación se efectúan simultáneamente (particular-

mente cuando se trata de substratos textiles livianos), se opera generalmente a una temperatura comprendida entre 160° y 200°, ventajosamente sobre un rame.

5 Los substratos apropiados son las materias constituidas únicamente de celulosa regenerada o bien de materias constituidas de una mezcla de celulosa regenerada con otras fibras naturales o sintéticas, tales como el algodón o el poliéster. Estos substratos pueden presentarse en forma de fibras, de hilados, de tejidos, o en otra forma textil. Los substratos mixtos se consti-
10 tuyen por lo menos en un 20% en peso de celulosa regenerada.

El procedimiento de la invención, que es un procedimiento de reticulación en seco, permite mejorar la recuperación del arrugado en el substrato, tanto en mojado como en seco, mejorando asimismo la resistencia del substrato al hinchamiento en medio
15 acuoso neutro o en medio acuoso alcalino. Al mismo tiempo reduce también la hidroelasticidad del substrato. De interés particular es, sin embargo, la resistencia al arrugado en mojado de los substratos tratados, una resistencia que permanece relativamente permanente incluso después de varios lavados consecutivos.

20 Los Ejemplos siguientes ilustran la presente invención más detalladamente. A menos que se den otras indicaciones, las partes y los porcentajes se entienden en peso y las temperaturas están indicadas en grados centígrados.



ta a continuación, que contiene

- 33 g/litro de dimetiloldihidroxi-etileno-urea (A),
16 g/litro de la dimetilol-urea pre-polimerizada (B)
indicada en el Ejemplo 1,
5 33 g/litro del glicolacetal (C) que figura en el Ejemplo 1,
18 g/litro de cloruro de magnesio ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) (D),
1,5 g/litro de cloruro de aluminio ($AlCl_3$ anhidro) (E),
10 g/litro de un suavizante (del tipo alquilmonometilol) y
1 g/litro de un agente humectante (del tipo éter alquil-
10 poliglicólico).

A continuación se exprime el tejido hasta una absorción del 85-90% aproximadamente del peso del tejido seco, y se lo somete a uno de los procedimientos de reticulación siguientes:

Procedimiento de reticulación en seco (Pad-Dry-Cure)

- 15 Pre-secado : 2 minutos a 120°
Condensación : 3 minutos a 150°

Procedimiento de reticulación rápida en seco (Pad-Dry-Rapid-Cure)

- Pre-secado : 2 minutos a 120°
Condensación : 30 segundos a 180°

- 20 Procedimiento de reticulación en seco, rápido, en una sola operación
(Flash-Cure)

Secado en una etapa : 60 segundos a 180°

De este modo se obtiene un tejido que presenta excelentes propiedades mecánicas.

25 EJEMPLO 3

En el fulard se impregna un tejido mixto constituido en un 50% de "Polinosic" y en un 50% de algodón con una solución que contiene los siguientes ingredientes:

- 40 g/litro de dimetiloldihidroxi-etileno-urea (A),
15 g/litro de la dimetilol-urea pre-polimerizada (B) que figura en el Ejemplo 1,
35 g/litro de glicolacetal (C) que figura en el Ejemplo 1,
5 18 g/litro de cloruro de magnesio ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) (D),
1,5 g/litro de cloruro de aluminio ($AlCl_3$ anhidro) (E),
10 g/litro de un suavizante (a base de un éster de ácido graso), y
1 g/litro de un agente humectante (del tipo éter alquil-poliglicólico).

El tejido así tratado se exprime a continuación hasta una absorción de un 85-90% de su peso seco, y luego se lo somete a uno de los procedimientos de endurecimiento siguientes:

Procedimiento de reticulación en una sola etapa

- 15 Pre-secado y reticulación : 1 minuto a 185° .

Procedimiento de reticulación en dos etapas

- Pre-secado : 2 minutos a 120°
Reticulación : 3 minutos a 150°

De este modo se obtiene un tejido que presenta excelentes propiedades mecánicas permanentes; después de 5 lavados en lavadora a 60° , en presencia de 2 g/litro de un detergente comercial, las propiedades mecánicas del tejido permanecen inalteradas.

EJEMPLO 4

25 En el fulard se impregna un tejido que se constituye en un 100% de viscosa con una solución que contiene

- 35 g/litro de dimetiloldihidroxi-etileno-urea (A),
15 g/litro de la dimetilol-urea antes polimerizada (B) indicada en el Ejemplo 1,
35 g/litro del glicolacetal (C) que figura en el Ejemplo 1,
30 18 g/litro de cloruro de magnesio ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) (D),
1,5 g/litro de cloruro de aluminio ($AlCl_3$ anhidro) (E),

- 20 g/litro de un agente hidrófugo (a base de una dispersión de parafina que contiene zirconio), y
- 20 g/litro de un apresto antedensificante (dispersión a base de SiO_2).

5 A continuación se exprime el tejido así tratado hasta un aumento del 85-90% de su peso seco, y se lo somete a un procedimiento de secado y de reticulación efectuado durante 1 minuto a 185° en una sola etapa. El tejido obtenido presenta muy buenas características mecánicas.

10 EJEMPLO 5

En el fulard se estampa un tejido mixto constituido en un 70% de poliéster y en un 30% de fibras celulósicas con una solución que contiene

- 22,5 g/litro de dimetiloldihidroxi-etileno-urea (A),
- 15 10,5 g/litro de la dimetilol-urea pre-polimerizada (B) indicada en el Ejemplo 1,
- 21 g/litro del glicolacetal (C) del Ejemplo 1,
- 12 g/litro de cloruro de magnesio ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (D),
- 1 g/litro de cloruro de aluminio (AlCl_3 anhidro) (E),
- 20 10 g/litro de una dispersión de polietileno (comercial)
- 5 g/litro de un suavizante (a base de un producto de condensación de ácido graso), y
- 1 g/litro de un agente humectante (a base de éter poliglicólico).

25 A continuación se exprime el tejido así tratado hasta un aumento del 70-75% de su peso seco y se lo somete a un procedimiento por choque; el secado y la reticulación se efectúan durante 60 segundos a 185° en una sola etapa.

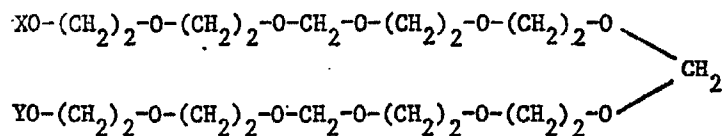
30 El tejido tratado es este modo, presenta excelentes características mecánicas, en particular una excelente elasticidad.

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.

REIVINDICACION

1.- Procedimiento para el tratamiento de substratos textiles constituidos totalmente o en parte de celulosa regenerada, caracterizándose dicho procedimiento por el hecho de que se aplica al substrato un medio acuoso que consta de

- 5
- A) un agente de reticulación monómero, hidrosoluble, estable a la hidrólisis, que contiene por lo menos dos grupos N-metilol o N-alcoximetilo, y que es capaz de formar una resina,
- 10
- B) un agente de reticulación prepolimerizado, lineal, hidrosoluble, que contiene por lo menos dos grupos N-metilol o N-alcoximetilo, y que es capaz de formar una resina de carga,
- C) un acetal reactivo de fórmula



en la que X e Y significan, independientemente la una de la otra, hidrógeno o CH₂OH,

- D) un primer catalizador de reticulación que es una sal de un metal alcalino-térreo de un ácido fuerte, y
- 15
- E) un segundo catalizador de reticulación que es una sal de aluminio dando una reacción ácida,

a continuación se seca el substrato y se lo somete a una temperatura a la cual la reticulación tiene lugar.

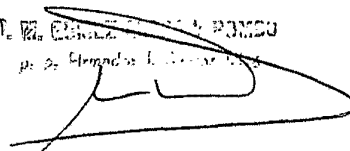
2.- Procedimiento para el tratamiento de substratos textiles constituidos totalmente o en parte de celulosa regenerada, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 12 hojas
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 2 ABR. 1978

SANDOZ, A.G.

F. DE ESPAÑA S. A. PONSU
p. de Madrid

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed text of the stamp.A smaller, handwritten signature in black ink, located in the lower-left quadrant of the page.