



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 340 009**

51 Int. Cl.:  
**D06M 15/263** (2006.01)  
**D06M 15/356** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **99114391 .8**  
96 Fecha de presentación : **22.07.1999**  
97 Número de publicación de la solicitud: **0976867**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **02.02.2000**

54 Título: **Procedimiento para aprestar un material textil y baños de apresto.**

30 Prioridad: **31.07.1998 FR 98 09872**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**27.05.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**27.05.2010**

73 Titular/es: **Clariant Finance (BVI) Limited**  
**Citco Building, Wickhams Cay**  
**Road Town, Tortola, VG**

72 Inventor/es: **Kyriazis, Jean;**  
**Gelabert, Antonio y**  
**Wilhelm, Didier**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 340 009 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para aprestar un material textil y baños de apresto.

La presente invención se refiere a un procedimiento para aprestar un material textil a base de celulosa, a un baño de apresto que comprende un apresto de material textil reticulante, así como a un material textil a base de celulosa aprestado según este procedimiento.

Los aprestos de materiales textiles reticulantes se usan actualmente para conferir a los tejidos de celulosa propiedades de resistencia al arrugamiento o de recuperación del doblez, una estabilidad dimensional frente a lavados domésticos, así como un cuidado fácil (planchado fácil o no planchado), entre otras propiedades.

Sin embargo, la mayoría de estos aprestos de materiales textiles reticulantes contienen formaldehído libre o combinado que es liberado en la tienda donde se aplica el apresto o cuando se usan tejidos aprestados de esta manera. Sin embargo, ahora se considera que el formaldehído es un producto nocivo, cuyas dosis de exposición están limitadas a valores muy bajos por ciertos reglamentos nacionales. Por lo tanto, se buscaron activamente aprestos de materiales textiles libres de cualquier traza de formaldehído.

De este modo, en la Solicitud de Patente EP-A-0484.196 se propuso el uso de derivados alcanopolicarboxílicos, tales como ácido fosfonosuccínico, como agentes de reticulación para la celulosa.

La Solicitud Internacional WO 96/26314 describe el uso de oligómeros de ácido maleico para tratar tejidos de celulosa en presencia de hipofosfito sódico como catalizador de la reticulación.

Las patentes US-A-5.496.476, US-A-5.496.477, US-A-5.705.475, US-A-5.728.771, describen la combinación de un ácido fosfonoalquilpolicarboxílico con un segundo ácido policarboxílico, que puede ser ácido butanotetracarboxílico o, preferiblemente, un ácido poliacrílico de masa baja, para materiales textiles celulósicos reticulantes en presencia de catalizadores que contienen fósforo, tales como hipofosfito de sodio o monofosfato de sodio.

Las patentes US-A-4.820.307 y US-A-4.975.209 describen el tratamiento de materiales celulósicos mediante ácidos policarboxílicos, en particular ácido butanotetracarboxílico o ácido cítrico, en presencia de catalizadores de tipo hipofosfito o fosfato.

Los aprestos de materiales textiles reticulantes mencionados anteriormente permiten que se evite el uso de o la liberación de formaldehído. Sin embargo, su uso requiere la presencia obligatoria de un catalizador.

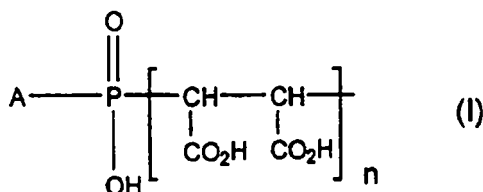
La Solicitud de Patente EP-A-0564.346 describe el uso de un apresto de material textil reticulante de ácido fosfinicosuccínico, ácido fosfinicobisuccínico, y sus mezclas, para aprestar materiales textiles celulósicos. Este tipo de apresto se puede usar sin un catalizador.

Se ha llevado a cabo una investigación con el objetivo de perfeccionar un procedimiento para aprestar un material textil a base de celulosa que permita que se evite completamente el uso o la liberación de formaldehído y no requiera el uso de un catalizador, a la vez que confiera a los materiales textiles propiedades de resistencia al arrugamiento o de recuperación del doblez, estabilidad dimensional para lavados domésticos, y un cuidado fácil muy satisfactorio.

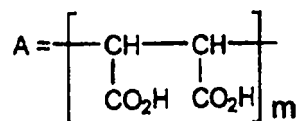
Entonces se descubrió con asombro que una nueva composición reticulante para celulosa tenía propiedades reticulantes para celulosa muy útiles, justificando su uso como un apresto de material textil, no conteniendo ni liberando formaldehído en las tiendas en las que se aplica el apresto ni cuando se usan tejidos aprestados de esta manera.

La presente invención consiste así en un procedimiento para aprestar un material a base de celulosa, caracterizado porque el material textil se trata usando un baño de apresto acuoso que contiene la siguiente composición reticulante como agente reticulante para celulosa:

a) 15-95% molar de al menos un telómero de ácido maleico y ácido hipofosforoso de fórmula (I)



con



y  $(m+n) \geq 3$

o  $A = \text{H}$  o  $\text{OH}$  y  $n \geq 2$

b) 0-50% molar de ácido fosfinicosuccínico

c) 0-40% molar de ácido fosfinobisuccínico

d) 0-50% molar de ácido fosfonosuccínico

e) 0-15% molar de ácido hipofosforoso

f) 0-10% molar de ácido fosforoso

g) 0-15% molar de ácido fosfórico

y en el que los componentes (a)-(g) forman el 100% en moles de la composición reticulante,

siendo capaz cada uno de los ácidos a) a g) de la composición de estar presente en forma libre o de estar parcial o totalmente neutralizado en forma de una sal de metal alcalino o de metal alcalino-térreo o de amonio o de amina.

La composición reticulante usada dentro del alcance del procedimiento según la presente invención se denomina en lo sucesivo con el nombre de "*composición reticulante A*".

Un análisis de RMN  $^{31}\text{P}$  reveló que una parte de la fracción telomérica de fórmula (I) podría contener varios átomos de fósforo distribuidos al azar por cadena.

La composición reticulante A según la invención se puede preparar mediante polimerización o telomerización radicalica.

Esta polimerización o telomerización se lleva a cabo usando ácido maleico y un monómero telógeno, preferiblemente hipofosfito de sodio. La relación molar entre el ácido maleico y el monómero telógeno está generalmente comprendida entre 1,5 y 5, preferiblemente entre 2 y 4, y muy particularmente entre 2,1 y 3.

La polimerización se inicia mediante un catalizador radicalico, preferiblemente persulfato de sodio, a dosis que pueden estar comprendidas entre 5 y 12% en peso con relación al peso de monómeros, durante un período que puede estar comprendido entre 1 y 3 horas, a fin de completar la polimerización y destruir toda traza residual del iniciador.

Para la polimerización se pueden usar diferentes procedimientos, tales como, por ejemplo, la adición del iniciador en la mezcla de monómeros. La polimerización se puede llevar a cabo en una atmósfera inerte, por ejemplo en una atmósfera de nitrógeno.

Después de que la polimerización está acabada, se puede llevar a cabo la oxidación de las funciones P-H todavía disponibles en funciones P-OH mediante un agente oxidante, preferiblemente peróxido de hidrógeno.

Con respecto a la técnica anterior, se ha descubierto con asombro que una composición reticulante que combina 15 a 95% molar de un telómero de ácido maleico y ácido hipofosforoso de fórmula (I) con ácido fosfinicosuccínico, ácido fosfinobisuccínico y ácido fosfonosuccínico como la cantidad principal, y ácido hipofosforoso, ácido fosforoso y ácido fosfórico como la cantidad minoritaria, permitió que se obtuviese, sin la adición de un catalizador, un apresto de buena calidad de materiales textiles a base de celulosa que no contiene y que no libera formaldehído en las tiendas en las que se aplica el apresto o cuando se usan tejidos aprestados de esta manera.

Sin embargo, el uso de un catalizador de la esterificación, o una mezcla de varios catalizadores de la esterificación, permite que los comportamientos obtenidos en el tejido tratado se incrementen a una temperatura dada, o que se conserve un nivel cualificado dado reduciendo las condiciones térmicas requeridas para la reticulación.

## ES 2 340 009 T3

Los catalizadores se pueden escoger de catalizadores de la esterificación conocidos, tales como, a título de ejemplo, cianamida, guanidina o una de sus sales, diciandiamida, urea, dimetilurea o tiourea, sales de metales alcalinos de ácidos hipofosforoso, fosforoso o fosfórico, ácidos minerales, ácidos orgánicos o sus sales.

5 Los catalizadores preferidos consisten en cianamida, diciandiamida, urea, dimetilurea, hipofosfito de sodio, o sus mezclas.

10 En condiciones preferentes para implementar la invención, la composición reticulante A de la invención comprende 15 a 95% molar de un telómero de ácido maleico y ácido hipofosforoso, preferiblemente 30 a 70% molar, y más particularmente entre 40 y 60% molar.

El baño de apresto usado dentro del alcance de la presente invención comprende en general 3 a 30% en peso de la composición reticulante A en disolución en agua.

15 El baño de apresto que contiene la composición reticulante A está preferiblemente parcialmente neutralizado con un hidróxido de metal alcalino, a fin de obtener un baño de apresto acuoso con un pH de 0,5 a 7, especialmente 1 a 7, preferiblemente 1,5 a 5, y más particularmente 2 a 3,5.

20 En otras condiciones preferidas para implementar la invención, no se añade ningún catalizador al baño de apresto. De hecho, se observó que la composición reticulante A autorreticula la celulosa, lo que se demuestra mediante los Ejemplos 12 a 18 que siguen en la descripción de la invención.

25 En otras condiciones preferidas de la invención, el baño de apresto contiene un agente humectante que es ventajosamente un nonilfenol etoxilado, muy particularmente nonilfenol etoxilado con 10 moles de óxido de etileno. Los baños de este tipo se describen en los Ejemplos 12 a 30 que siguen.

30 En otras condiciones preferidas de la invención, al baño de apresto se añade uno o más catalizadores de la esterificación de la celulosa, preferiblemente escogidos de cianamida, diciandiamida, urea, dimetilurea o hipofosfito de sodio.

Según otro aspecto de la invención, un objeto de esto es también un baño de apresto para un material textil a base de celulosa caracterizado porque comprende una composición reticulante A como se define anteriormente en disolución acuosa, teniendo este baño un pH comprendido entre 0,5 y 7, especialmente 1 a 7, así como un agente humectante.

35 Un objeto de la presente Solicitud es también el material textil a base de celulosa aprestado, caracterizado porque se obtiene implementando el procedimiento descrito anteriormente.

40 Un objeto de la presente Solicitud es también el uso de la composición reticulante A descrita anteriormente como un agente reticulante para celulosa.

Los siguientes ejemplos se dan como una indicación; permiten que la invención se entienda mejor, pero no limitan el alcance.

En estos ejemplos:

- 45
- el ensayo de recuperación del doblez se lleva a cabo según el estándar ATCC 66-1972 sobre muestras que son tratadas pero no lavadas, denominadas muestras como son entonces, y sobre las muestras sometidas a tres lavados domésticos a 60°C; la recuperación del doblez se expresa mediante la suma de los ángulos de recuperación del doblez obtenidos en la dirección de la urdimbre y en la dirección de la trama.
  - 50 - La resistencia a la tracción de las muestras, expresada en daN, en la dirección de la trama, se lleva a cabo según el estándar AFNOR G 07.001.
  - 55 - La blancura, expresada en grados Berger, se mide con un espectrofotómetro. El nivel de formaldehído residual sobre el tejido se determinó según el método descrito en la Ley Japonesa 112-1973.

### Ejemplo 1

60 Se preparó una disolución que contiene 781 g de ácido maleico (6,73 moles), 237 g de hipofosfito de sodio (2,69 moles) y 840 g de agua en una vasija de reacción de 2 litros. La mezcla se mantuvo a 75°C, y se añadieron 265 g de una disolución de persulfato de sodio al 36,7% durante 6 horas. La polimerización se completó en una etapa de 2 horas a 85°C. Se obtuvieron 2002 g de una disolución clara, ligeramente coloreada, caracterizada por RMN de fósforo 31 y cuya composición molar se indica en la Tabla 2.

65

## ES 2 340 009 T3

### Ejemplos 2 a 5

Los Ejemplos 2 a 5 se prepararon según un método de operación idéntico al descrito en el Ejemplo 1, variando la relación de ácido maleico/hipofosfato de sodio desde 1,5 hasta 4, y modificando las condiciones de polimerización como se describe en la Tabla 1.

TABLA 1

Ejemplo	Relación molar AM/HPS	Condiciones de polimeri- zación
2	2	6 h a 75°C + 2 h a 85°C
3	3	8 h a 75°C + 2 h a 85°C
4	1,5	6 h a 75°C + 2 h a 85°C
5	4	11 h a 75°C + 2h30 a 85°C

Las composiciones molares de los productos obtenidos se indican en la Tabla 2.

### Ejemplo 6

Una mezcla de 100 g de la composición del Ejemplo 4 y 12,3 g de peróxido de hidrógeno al 33% se calentó a 70°C durante una hora. La composición molar se indica en la Tabla 2.

### Ejemplo 7

Una mezcla de 200 g de la composición del Ejemplo 2 y 15,2 g de peróxido de hidrógeno al 33% se calentó a 80°C durante 9 horas. La composición molar se indica en la Tabla 2.

### Ejemplo 8

Una mezcla de 200 g de la composición del Ejemplo 1 y 8,3 g de peróxido de hidrógeno al 33% se calentó a 80°C durante 9 horas. La composición molar se indica en la Tabla 2.

(Tabla pasa a página siguiente)

## ES 2 340 009 T3

TABLA 2

Ej.	Relación molar AM/HPS	% de material activo	Proceso	TEL.	PBSA	PISA	PSA	HPX	PHX	PHQ
1	2,5	52,8	PSS en AM + HPS	52,3	21,5	20,2	1,9	0,9	3,2	0
2	2	48,6	PSS en AM + HPS	35,8	17,9	35,2	0,4	8,9	1,8	0
3	3	55,1	PSS en AM + HPS	63,8	12,8	18,1	1,3	0	4	0
4	1,5	42,8	PSS en AM + HPS	24,8	13,8	46,6	1,8	9,9	3,1	0
5	4	41,5	PSS en AM + HPS	75	7,4	4,1	4,7	0	8,8	0
6	1,5	38,1	Oxidación del Ej. 4	20,6	12,6	6,6	43,8	0	8,4	8
7	2	45,2	Oxidación del Ej. 2	35,6	18,3	3,3	32,5	0	4,9	5,4
8	2,5	50,7	Oxidación del Ej. 1	50,2	21,4	1,6	21,5	0	4,6	0,7
AM: ácido maleico    PSA: ácido fosfonosuccínico HPS: hipofosfito de sodio    HPX: ácido hipofosforoso PSS: persulfato de sodio    PHX: ácido fosforoso TEL: telómero de ácido maleico/ácido hipofosforoso    PHQ: ácido fosfórico PBSA: ácido fosfinicobisuccínico PISA: ácido fosfinicosuccínico										

### Ejemplo 9 de Comparación

El ejemplo de comparación se preparó según un método de operación análogo al descrito en el Ejemplo 1, con una relación molar de ácido maleico/hipofosfito de sodio de 1. El producto obtenido (material activo = 33,9%) tiene la siguiente composición molar: 12,3% de TEL, 7,3% de PBSA, 48,9% de PISA, 0,7% de PSA, 25,3% de HPX y 5,5% de PHX.

### Ejemplo 10 de Comparación

Este es un oligómero de polimaleato de sodio a 49,1% en peso en agua, proporcionado por Coatex con la referencia AM 508 C.

### Ejemplo 11 de Comparación

Las propiedades aplicables de un tejido no tratado se determinan tras ilustrar el impacto positivo de la reticulación (recuperación del doblez como tal y después de tres lavados domésticos a 60°C) y monitorizan la conservación de propiedades durante el tratamiento, tales como resistencia a la tracción y la blancura (Tablas 3 y 4).

## ES 2 340 009 T3

Ejemplos 12 a 20

*Propiedades de tejidos tratados con composiciones sin un catalizador*

- 5 Un tejido de popelina de 100% de algodón, lavado y blanqueado, con un peso de aproximadamente 130 g por metro cuadrado, con una tasa de expresión de 75%, se impregnó en una máquina de relleno en un baño acuoso que contiene las composiciones reticulantes así como 2 g/l de nonilfenol etoxilado con 10 moles de óxido de etileno y cuyo pH se ajustó a 2,5 con carbonato sódico (el pH del baño del Ejemplo 20 se ajustó a 2,5 con ácido sulfúrico). El tejido se secó entonces durante 45 segundos a 120°C, y después se sometió a un tratamiento térmico durante 30 segundos a 180°C en un rame de laboratorio.

Las cantidades de cada agente reticulante se calculan para materiales activos iguales, y los baños no contienen un catalizador de la esterificación. Las propiedades aplicables se indican en la Tabla 3.

TABLA 3

Ej.	reticulación	dosis (g/l)	DEF	D3L	RST	$\Delta$ BLC
11	Tejido no tratado	-	172	187	43	0
12	Ejemplo 1	138	232	226	30,5	1,2
13	Ejemplo 2	150	232	220	25,1	0,7
14	Ejemplo 3	131	227	222	29,3	1,7
15	Ejemplo 4	170	227	218	28,1	0,2
16	Ejemplo 5	170	222	220	32,7	2,8
17	Ejemplo 7	158	220	204	30,7	0,4
18	Ejemplo 8	144	220	208	30,1	1,1
19	Ejemplo 9 de comparación	214	218	219	34,3	0,3
20	Ejemplo 10 comparación	148	205	202	27,5	0

DEF: recuperación del doblez según el estándar AATCC 66-1972 (unidad: grado de ángulo)

D3L: recuperación del doblez después de 3 lavados domésticos a 60°C (unidad: grado de ángulo)

RST: resistencia a la tracción en la dirección de la urdimbre según el estándar AFNOR G 07.001 (unidad: daN)

$\Delta$ BLC: pérdida de blancura en comparación con el tejido no tratado (unidad: grado de blancura de Berger)

Se observa que las composiciones según la invención tienen buenas propiedades aplicables en ausencia de un catalizador, puesto que el nivel de recuperación del doblez obtenido sin un catalizador es claramente mayor que aquél del tejido no tratado (ejemplo 11 de comparación), y también es mayor que aquél del oligómero de ácido maleico (ejemplo 20 de comparación).

El nivel de recuperación del doblez aumenta hasta cierto punto con el porcentaje molar de telómero (I) presente en las composiciones. Con el ejemplo 19 de comparación, basado en la composición del ejemplo 9 de comparación que sólo contiene 12,3% molar de telómero (I), la recuperación del doblez como tal (DEF) es menor que la obtenida para porcentajes mayores de telómero (I).

La recuperación óptima del doblez como tal se sitúa entre 35 y 55% molar de telómero (I), como se muestra con los Ejemplos 12 y 13.

La permanencia del tratamiento, ilustrada mediante la recuperación del doblez tras tres lavados domésticos a 60°C, es buena. También se observa una buena conservación de las propiedades mecánicas, como se indica mediante las pérdidas insignificantes de resistencia del tejido tratado, sin pérdida significativa del nivel de blancura.

La presencia de formaldehído no se pudo detectar en ninguno de los tejidos correspondientes a los ejemplos de la Tabla 3.

Se sabe que la presencia de hipofosfito de sodio en los baños de tratamiento de materiales textiles tiene un impacto negativo sobre el comportamiento de los tejidos coloreados con colorantes reactivos o colorantes azufrados, conduciendo a cambios de tono. Se pudo calcular que las composiciones reticulantes obtenidas mediante telomerización de ácido maleico de hipofosfito sódico, en una relación mayor que o igual a 2,5, no contienen, o contienen muy poco, hipofosfito sódico, y por lo tanto no tienen este tipo de inconveniente.

Ejemplos 21 a 30

#### *Propiedades de tejidos tratados con las composiciones reticulantes y con un catalizador*

Un tejido de popelina de 100% de algodón, lavado y blanqueado, con un peso de aproximadamente 130 g por metro cuadrado, con una tasa de expresión de 75%, se impregnó en una máquina de relleno en un baño acuoso que contiene las composiciones de los ejemplos 1 a 10, con 30 g/l de dicianidamida como catalizador, así como 2 g/l de nonilfenol etoxilado con 10 moles de óxido de etileno y cuyo pH se ajustó a 2,5 con carbonato de sodio. El tejido se secó entonces durante 45 segundos a 120°C, y después se sometió a un tratamiento térmico de 30 segundos a 180°C en un rame de laboratorio.

Las cantidades de cada agente reticulante se calculan para ingredientes activos iguales. Las propiedades aplicables se indican en la Tabla 4.

TABLA 4

Ej,	Reticulación	dosis (g/l)	DEF	D3L	RST	ΔBLC
11	Tejido no tratado	-	172	187	43	0
21	Ejemplo 1	138	259	236	26,7	-2,6
22	Ejemplo 2	150	252	239	30,1	-2,2
23	Ejemplo 3	131	254	237	31	-2,3
24	Ejemplo 4	170	243	230	29,2	-1,6
25	Ejemplo 5	170	246	239	32,5	-5,4
26	Ejemplo 6	190	237	221	35	-3



## ES 2 340 009 T3

27	Ejemplo 7	158	253	231	32,3	-1,1
28	Ejemplo 8	144	245	232	31,4	-1,6
29	Ejemplo 9 de comparación	214	240	225	35,6	-1,6
30	Ejemplo 10 de comparación	148	222	222	32,8	-0,9

Con 30 g/l de diciandiamida, las propiedades de recuperación del doblez como tales son mayores que en ausencia de un catalizador de la esterificación, y aumentan hasta cierto punto con el porcentaje molar de telómero (I). La recuperación óptima del doblez como tal se sitúa entre 35 y 65% molar de telómero (I), como se muestra mediante los Ejemplos 21, 22 y 23.

El nivel de recuperación del doblez obtenido con las composiciones según la invención en combinación con el catalizador es claramente mayor que aquél obtenido con oligómero de ácido maleico (ejemplo 30 de comparación).

Con el catalizador de la esterificación, la permanencia del tratamiento, ilustrada mediante la recuperación del doblez tras tres lavados domésticos a 60°C, es igualmente buena. También se observa una buena conservación de las propiedades mecánicas, como se indica mediante pérdidas insignificantes de resistencia de los tejidos tratados. En general, no se observó pérdida significativa de blancura con respecto al tejido no tratado.

No fue posible detectar la presencia de formaldehído en ninguno de los tejidos correspondientes a los ejemplos de la Tabla 4.

Ejemplos 31 a 34

Usando las mismas condiciones de operación que aquellas de los ejemplos 21 a 30, usando el baño acuoso que contiene la composición del ejemplo 1, y usando catalizadores distintos de diciandiamida, se obtuvieron los siguientes resultados y se dan a conocer en la tabla 5.

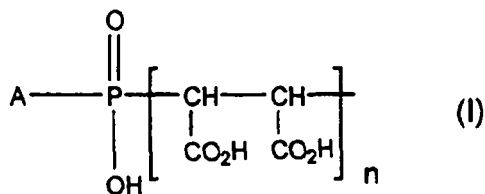
TABLA 5

	<b>Cantidad de catalizador usado, en g/l</b>	<b>DEF</b>	<b>RST</b>
Ej. 31	30 g/l de dimetilurea	244	30,9
Ej. 32	10 g/l de urea	238	27,8
Ej. 33	7 g/l de dimetilurea + 5 g/l de urea	245	31,5
Ej. 34	20 g/l de hipofosfito de sodio	249,5	28,4

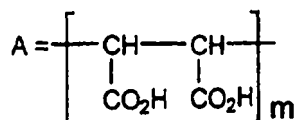
## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para aprestar un material textil a base de celulosa, **caracterizado** porque el material textil se trata usando un baño de apresto acuoso que contiene la siguiente composición reticulante como agente reticulante para celulosa:

a) 15-95% molar de al menos un telómero de ácido maleico y ácido hipofosforoso de fórmula (I)



con



y  $(m+n) \geq 3$

o  $\text{A} = \text{H}$  o  $\text{OH}$  y  $n \geq 2$

b) 0-50% molar de ácido fosfinicosuccínico

c) 0-40% molar de ácido fosfinobisuccínico

d) 0-50% molar de ácido fosfonosuccínico

e) 0-15% molar de ácido hipofosforoso

f) 0-10% molar de ácido fosforoso

g) 0-15% molar de ácido fosfórico

y en el que los componentes (a)-(g) forman el 100% en moles de la composición reticulante,

siendo capaz cada uno de los ácidos a) a g) de la composición de estar presente en forma libre o de estar parcial o totalmente neutralizado en forma de una sal de metal alcalino o de metal alcalino-térreo o de amonio o de amina.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la composición reticulante contiene 30 a 70% molar de al menos un telómero de ácido maleico y ácido hipofosforoso de fórmula (I).

3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la composición reticulante contiene 40 a 60% molar de al menos un telómero de ácido maleico y ácido hipofosforoso de fórmula (I).

4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque no se añade ningún catalizador de la esterificación al baño de apresto.

5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque se añade uno o más catalizadores de la esterificación al baño de apresto.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, **caracterizado** porque el catalizador de la esterificación se escoge de cianamida, guanidina o una de sus sales, diciandiamida, urea, dimetilurea o las sales de metales alcalinos de ácidos hipofosforoso, fosforoso o fosfórico, ácidos minerales, ácidos orgánicos o sus sales.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque dicha composición reticulante es capaz de ser obtenida mediante polimerización radicalica de ácido maleico e hipofosfito sódico en una relación molar

## ES 2 340 009 T3

comprendida entre 1,5 y 5, llevándose a cabo esta polimerización en primer lugar a una temperatura comprendida entre 70 y 85°C, seguido en segundo lugar de un tratamiento térmico a una temperatura comprendida entre 80 y 90°C, con el objetivo de completar la polimerización.

5        8. Procedimiento según la reivindicación 7, **caracterizado** porque la relación molar entre el ácido maleico e hipofosfito sódico está comprendida preferiblemente entre 2 y 4, y muy particularmente entre 2,1 y 3.

10       9. Baño de apresto para materiales textiles a base de celulosa, **caracterizado** porque comprende una composición especificada en la reivindicación 1, estando el pH de este baño comprendido entre 0,5 y 7.

10       10. Baño de apresto para materiales textiles según la reivindicación 9, **caracterizado** porque el pH está comprendido entre 2 y 3,5.

15       11. Baño de apresto especificado en una de las reivindicaciones 7 y 10, **caracterizado** porque contiene un agente humectante.

15       12. Baño de apresto según la reivindicación 11, **caracterizado** porque el agente humectante es nonilfenol etoxilado, preferiblemente un nonilfenol etoxilado con 10 moles de óxido de etileno.

20       13. Textil a base de celulosa aprestado, **caracterizado** porque es capaz de ser obtenido implementando el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8.

25       14. Uso de la composición reticulante especificada en la reivindicación 1 como un agente reticulante para celulosa.

25

30

35

40

45

50

55

60

65