

r1



MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

N° 882.460

Classif. Internat. : C 08 G D 06 M

Mis en lecture le : 16-07-1980

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention ;

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle ;

Vu le procès-verbal dressé le 27 mars 1980 à 15 h. 00

au Service de la Propriété industrielle ;

ARRÊTE :

Article 1. — *Il est délivré à la Sté dite : INTERNATIONAL MINERALS & CHEMICAL CORPORATION,*
2315 Sanders Road, Northbrook, Illinois (Etats-Unis
d'Amérique),

repr. par Langner Parry, c/o Mr. Frank Seifert, 77 Frans De
Ceusterlei, 2120 Schoten,

*un brevet d'invention pour : Résine formaldéhyde-urée modifiée par un
nitroalcanol, sa préparation et son utilisation pour
rendre infroissables des articles textiles tissés et non
tissés,
(Inv. : J.H. Hunsucker et M.E. Woods),*

qu'elle déclare avoir fait l'objet de demandes de brevet
déposées aux Etats-Unis d'Amérique le 30 mars 1979,
n° 025.502 et le 21 mai 1979, n° 041.119 au nom de
J.H. Hunsucker et M.E. Woods dont elle est l'ayant cause.

Article 2. — *Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et
périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit
de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.*

*Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui
de sa demande de brevet.*

Bruxelles, le 15 avril 1980

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur

L. SALPETEUR

00480

BREVET D'INVENTION

Résine formaldéhyde-urée modifiée par un nitroalcanol, sa préparation et son utilisation pour rendre infroissables des articles textiles tissés et non tissés.

Société dite : INTERNATIONAL MINERALS & CHEMICAL CORPORATION.

Priorité Conventionnelle des demandes de brevets n° 025.502 et 041.119 déposées aux Etats-Unis d'Amérique les 30 mars et 21 mai 1979 par MM. Jerry H. HUNSUCKER et Milton E. WOODS.

Cette invention concerne des résines urée-formaldéhyde, et dans un aspect particulier, elle concerne des résines urée-formaldéhyde modifiées ayant une utilité particulière pour traiter les textiles et les produits
5 celluloses non tissés.

L'importance de la stabilité dimensionnelle, comme l'infroissabilité et les propriétés de non repassage permanent pour les produits textiles et les produits celluloses non tissés, est bien connue et a une grande importance et un
10 intérêt économique dans l'industrie textile. La majeure partie des articles textiles, qu'il s'agisse de vêtements ou d'articles ménagers, disponibles sur le marché présentent ces propriétés à un certain degré intéressant. Bien qu'un grand nombre de fibres synthétiques possèdent de façon inhérente une élasticité
15 et une infroissabilité, les tissus contenant des fibres de cellulose doivent être traités chimiquement pour acquérir ces propriétés importantes que nécessite le marché moderne des textiles.

En plus de l'infroissabilité et des propriétés de
20 non repassage permanent, il est très indiqué que les produits celluloses non tissés présentent de bonnes caractéristiques de résistance mécanique à l'état humide. Un grand nombre d'articles en papier manquent cependant tout particulièrement de résistance mécanique à l'état humide à moins qu'ils ne soient
25 traités.

Les principaux traitements chimiques qui fournissent l'infroissabilité et les propriétés de non repassage permanent dans les textiles et les produits non tissés contenant de la cellulose sont ceux dans lesquels les molécules de cellulose
30 sont réticulées, généralement par réaction d'un agent di- ou polyfonctionnel avec la cellulose. Un grand nombre des agents utilisés dans l'industrie textile pour donner des propriétés de non repassage permanent sur les tissus celluloses sont les produits d'addition de N-méthylol. Pour améliorer les
35 réactions entre la cellulose et ses produits d'addition, on peut utiliser un grand nombre de composés ou de catalyseurs.

A l'heure actuelle, les résines urée-formaldéhyde modifiées par le glyoxal sont utilisées en grand volume.

Cependant, le glyoxal est une matière première coûteuse et il serait avantageux d'utiliser une résine urée-formaldéhyde modifiée plus économique.

C'est un but de cette invention de fournir une résine urée-formaldéhyde modifiée, de fournir une résine urée-formaldéhyde modifiée ayant une utilisation particulière pour le traitement des textiles et des produits celluloseux non tissés; ainsi que d'autres buts qui seront évidents pour l'homme de l'art d'après la description suivante.

L'invention réside dans un produit résineux comprenant une résine urée-formaldéhyde durcissable modifiée par 0,25 à 3,0 moles, par mole d'urée, d'un nitroalcane ou d'un nitroalcanol, ledit nitroalcanol étant représenté par la formule :



dans laquelle R est un atome d'hydrogène ou un groupement méthyle, éthyle ou hydroxyméthyle.

A la place du nitroalcanol, on peut utiliser un nitroalcane de 1 à 3 atomes de carbone, en quantité équimolaire à la quantité de nitroalcanol utilisée. En outre, on peut utiliser un mélange de nitroalcane et de nitroalcanol ayant les formules précédentes, dans une quelconque proportion.

Le produit résineux de cette invention est une résine urée-formaldéhyde durcissable modifiée par réaction par un nitroalcanol ou un nitroalcane ou un de leur mélange. Le terme "durcissable" est utilisé pour indiquer que la résine est incomplètement polymérisée et peut subir une réaction ultérieure avec des agents de réticulation, ou des agents similaires.

Généralement, mais de façon non nécessaire, on prépare la résine modifiée en faisant réagir l'urée et le formaldéhyde dans un rapport molaire d'environ 1 à 1-5 respectivement, à un pH neutre à alcalin, c'est-à-dire à un pH d'environ 7 à 11. Puis on ajoute le nitroalcanol et on poursuit la réaction jusqu'à ce qu'on obtienne une solution limpide à la température ambiante. On ajuste ensuite le pH à une valeur neutre ou légèrement acide, par exemple de 5 à 7, et on poursuit le chauffage pour achever

la réaction.

Dans un autre mode de réalisation de l'invention, on fait réagir le formaldéhyde et l'urée comme ci-dessus et on ajoute un nitroalcane de 1 à 3 atomes de carbone, ou un mélange
5 de nitroalcane et de nitroalcanol. On effectue le reste de la réaction comme décrit ci-dessus.

Dans un troisième mode de réalisation de l'invention, on fait d'abord réagir le nitroalcanol avec de l'urée à un pH neutre à alcalin, puis on ajoute le formaldéhyde et l'on amène
10 la réaction à achèvement comme décrit précédemment.

Dans un quatrième mode de réalisation de l'invention, on fait réagir le formaldéhyde et le nitroalcane à un pH alcalin, puis on ajoute de l'urée et l'on achève la réaction.

Dans encore un autre mode de réalisation, on envisage
15 l'utilisation d'urée alkylolée à la place de l'urée, sur une base équimolaire. Ces urées alkylolées sont connues dans la technique et peuvent être des dérivés mono- ou dialkylolés. La longueur de la chaîne alkylol peut être de 1 à 5 atomes de carbone. De telles urées donnent des résines particulièrement
20 utiles comme adhésifs.

Il est également envisagé d'utiliser dans la réaction une résine durcissable disponible dans le commerce au lieu de préparer la portion urée-formaldéhyde de la résine.

On peut également préparer cette résine en faisant
25 réagir la résine urée-formaldéhyde avec jusqu'à 1,5 mole de glyoxal par mole d'urée avant de faire réagir avec le nitroalcanol ou le nitroalcane ou un de leurs mélanges. Il est également envisagé d'utiliser de la mélamine comme agent de réticulation.

30 Le formaldéhyde utilisé dans la mise en oeuvre de cette invention est de préférence la qualité commerciale à 37 %. Cependant, on peut également utiliser d'autres sources de formaldéhyde comme des solutions de formaldéhyde dans des alcools aliphatiques inférieurs ou du paraformaldéhyde.

35 Les nitroalcanols utilisables dans la pratique sont disponibles dans le commerce et comprennent, sans leur être limités, le tris(hydroxyméthyl)nitrométhane ; le 2-nitro-2-méthyl-1,3-propanediol ; le 2-nitro-2-éthyl-1,3-propanediol ;

MC

le 2-nitro-1-butanol et de préférence le 2-nitro-2-méthyl-1-propanol. On peut également utiliser des mélanges de ces nitroalcanols. Il est entendu que l'invention n'est pas limitée à ces nitroalcanols. D'autres nitroalcanols sont connus dans la technique et sont considérés comme étant des équivalents évidents des nitroalcanols précédents.

Les nitroalcanes utilisables dans la mise en oeuvre de cette invention sont disponibles dans le commerce et comprennent le nitrométhane, le nitroéthane, le 1-nitropropane, le 2-nitropropane et leurs mélanges. Le nitroalcane total est utilisé à raison d'environ 0,5 à 1,0 mole, de préférence 0,75 mole, par mole d'urée. Il est entendu que l'invention n'est pas limitée à ces nitroalcanes. D'autres composés de ce type sont connus dans le domaine et sont considérés comme étant les équivalents évidents de ceux qui précèdent.

On prépare les résines de cette invention par le procédé préféré qui consiste à faire réagir le formaldéhyde et l'urée à un pH d'environ 7 à 11, de préférence 8,0 à 10,5 et tout particulièrement à environ 10,0-10,5. Le pH peut être fourni par un quelconque réactif alcalin dont un grand nombre sont connus, par exemple les carbonates, bicarbonates, oxydes ou hydroxydes minéraux, comprenant ceux d'ammonium, de sodium, de potassium et de lithium. On préfère l'hydroxyde de sodium.

La réaction du formaldéhyde et de l'urée est de préférence, mais non nécessairement, effectuée dans des conditions alcalines à température élevée d'environ 40°C à la température de reflux à la pression ambiante, de préférence à la température de reflux. Quand la réaction est terminée, on abaisse de préférence quelque peu la température si elle a eu lieu à reflux, par exemple à environ 75-80° puis on ajoute le nitroalcane ou le mélange, de préférence lentement. Une fois l'addition terminée, on poursuit la réaction à environ 75-80°C jusqu'à ce qu'on obtienne une solution limpide à la température ambiante. On refroidit ensuite le mélange réactionnel à environ 55-65°C et on ajuste le pH à environ 5,0-7,0. L'ajustement du pH peut être effectué avec un quelconque acide minéral ou organique soluble dans l'eau. En général, on utilisera un acide dilué comme l'acide chlorhydrique, l'acide phosphorique, l'acide

sulfurique, l'acide p-toluènesulfonique, etc., dilués. Puis on poursuit la période de chauffage à 55-60°C pendant environ une heure supplémentaire pour s'assurer d'une réaction totale. Puis on laisse le produit réactionnel refroidir et, si on le désire, on peut le diluer à une teneur en matières solides d'environ 25 à 45 %, ce qui accélère le processus de refroidissement.

Une solution à 25 % de la résine est préférée pour traiter le textile ou tout autre objet cellulosique non tissé. De préférence, on l'utilise avec un catalyseur, par exemple le chlorure de zinc ou de magnésium. Il est commode de préparer le catalyseur sous forme d'une solution aqueuse à 25 % et de mélanger une partie de la solution de catalyseur avec quatre parties de la solution de résine à 25 %. L'objet textile ou l'objet cellulosique non tissé est ensuite saturé par le mélange, pressé jusqu'à une prise d'environ 60 % à l'état humide, puis chauffé à une température d'environ 180°C, par exemple, pour durcir la résine.

Il est entendu que les produits et objets qui bénéficieront de l'infroissabilité que confère la résine de la présente invention comprendront, sans leur être limités, ceux faits de fibres naturelles, principalement la laine et la cellulose, tissées ou non tissées. Parmi les fibres tissées, les tissus de coton sont ceux qui en tireront le plus grand bénéfice, pense-t-on. Les produits non tissés sont généralement faits de fibres de cellulose, par exemple des fibres de bois, et sont utilisés de façon importante. Bien que la grande partie des articles non tissés concerne des articles à jeter pour lesquels l'infroissabilité peut ne pas avoir une grande importance, le marché concernant de tels articles durables augmente, en particulier dans le domaine des doublures intermédiaires pour vêtements, la literie, les tapis, les voilages, etc., où l'infroissabilité est importante. En fait, il est considéré que tout produit contenant de la cellulose, comme les articles en papier, bénéficieront du traitement avec la résine, et le terme produit utilisé ici est considéré comme désignant tous ces produits contenant de la cellulose.

L'invention sera mieux comprise en se référant aux

exemples suivants. Il est entendu que les exemples sont donnés à titre uniquement illustratif et ne doivent pas être considérés comme limitant l'invention.

EXEMPLE 1

5 Dans un récipient de réaction équipé d'une source de chaleur et d'un moyen d'agitation, on introduit 534 g de formaldéhyde à 37 % (6 moles) et 180 g d'urée (3 moles). On agite le mélange jusqu'à ce qu'il soit homogène, puis on ajuste le pH à 8,0 avec du diméthylaminométhylpropanol. On chauffe le
10 mélange à 45°C pendant 70 minutes puis à 60°C, et on ajuste alors le pH à 8,5-9,0 et on ajoute goutte à goutte un mélange contenant 100,1 g de 2-nitropropane et 33,39 g de 1-nitropropane (au total 1,5 mole). On poursuit la réaction à 60°C pendant 30 minutes, après quoi on refroidit le produit et on le dilue
15 jusqu'à 25 % de matières solides. On ajuste le pH à 7,0 en utilisant de l'acide acétique. Puis on ajoute 25 % de chlorure de magnésium, en tant que catalyseur, par rapport à la teneur en matières solides.

On détermine la défroissabilité par la méthode d'essai
20 n° 66-1968 de la American Association of Textile Colorists and Chemists. On plonge une pièce de toile de coton, sans encollage, dans la solution de résine, on l'aplatit pour qu'elle sèche et on l'étire, puis on la place dans une étuve à 180°C pendant 90 secondes. On découpe dix échantillons de 40 mm de long et 15 mm
25 de large dans le tissu, cinq ayant leur grande dimension parallèle à la chaîne et cinq ayant leur grande dimension parallèle à la trame. Puis on détermine l'angle de récupération comme décrit dans la méthode d'essai, sur les échantillons d'essai. On calcule la moyenne des valeurs et on l'exprime comme
30 l'angle de récupération total. Des échantillons similaires sont traités par un produit du commerce, "Permafresh LP", vendu par Sun Chemical Product, que l'on utilise comme témoin. Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 1.

Un échantillon de matériau cellulosique non tissé est
35 traité par cette résine. Il a une résistance mécanique élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 2

On répète l'expérience de l'Exemple 1 dans ses détails

essentiels mais, après l'addition des nitroalcanes, on chauffe le mélange pendant une heure au lieu de 30 minutes. Les résultats sont donnés dans le Tableau 1.

EXEMPLE 3

5 Dans un récipient de réaction équipé d'un moyen d'agitation et d'une source de chaleur, on introduit 178 g de formaldéhyde à 37 % (2 moles) et 60 g d'urée (1 mole). On mélange soigneusement les ingrédients et on ajuste le pH à 8,0-8,2 en utilisant du diméthylaminométhylpropanol. On élève la
10 température à 45°C pendant 70 minutes et on ajuste à nouveau le pH à 8,5-9,0. On ajoute goutte à goutte en 45 minutes un mélange contenant 11,3 g de 1-nitropropane et 33,37 g de 2-nitropropane (un total de 0,5 mole de nitroalcane). Puis on ajuste le pH à 7,0 et on dilue le mélange à une teneur en matières solides de
15 25 %.

On traite une toile de coton comme décrit dans l'Exemple 1 et on détermine l'angle de récupération. Le résultat est donné dans le Tableau 1.

On traite par cette résine un échantillon de matériau
20 cellulosique non tissé. Il a une résistance mécanique élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 4

On répète l'expérience de l'Exemple 3 dans ses détails essentiels mais on utilise 44,5 g de nitropropane dans un
25 rapport de 1:1. Les résultats sont donnés dans le Tableau 1.

EXEMPLE 5

On répète l'expérience de l'Exemple 3 dans ses détails essentiels mais, après addition du nitroalcane, on poursuit la période de chauffage pendant 30 minutes. Les résultats obtenus
30 sont donnés dans le Tableau 1.

TABLEAU 1

N° de l'exemple	Couleur Gardner	Angle de récupération °	Résistance à la traction
1	-	258	2,17
2	-	266	2,24
35 3	1	243	1,4
4	1	225	1,6
5	1	265	2,45
Témoin	1	231	1,0

EXEMPLE 6

On introduit 324,3 g de formaldéhyde aqueux à 37 % (4 moles de formaldéhyde) dans un ballon à fond rond à trois tubulures équipé d'un agitateur, d'un thermomètre, d'un réfrigérant et d'une source de chaleur. On ajuste le pH à 10,5 avec une solution à 10 % d'hydroxyde de sodium puis on chauffe à reflux. On ajoute 60 g d'urée (1 mole) et on poursuit le chauffage à reflux pendant 15 minutes. On refroidit le mélange à environ 78°C et on ajoute 67,5 g (0,75 mole) de 2-nitropropane. On maintient la température constante jusqu'à ce que le mélange devienne homogène (environ 15-20 minutes). Puis on refroidit le mélange à environ 60°C et on ajuste le pH à 5,0 avec de l'acide phosphorique et on poursuit le chauffage à 60°C pendant une heure. On ajoute de l'eau désionisée en quantité suffisante pour obtenir une teneur totale en matières solides de 25 %.

On prépare une solution à 25 % du catalyseur en dissolvant 100 g de $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ dans 87,4 g d'eau. On mélange quatre parties de la solution de résine avec une partie de catalyseur et on traite des échantillons de tissu, comme ceux décrits dans l'Exemple 1, avec la solution résultante, puis on les presse jusqu'à une prise de 60 % à l'état humide. Par séchage, cette opération donne 9-12 % de résine, en poids sec, sur le tissu. Puis on étire à fond les échantillons de tissu et on les chauffe à 108°C pendant 2 minutes et à 163°C pendant 3 minutes. Puis on détermine l'angle de récupération. On traite de la même manière des échantillons de tissu avec un produit disponible dans le commerce (Permafresh LF) en tant que témoin. Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 2.

On traite par cette résine un échantillon de matériau cellulosique non tissé. Il a une résistance mécanique élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLES 7-9

On répète l'expérience de l'Exemple 6 dans ses détails essentiels mais, à la place de 4 moles de formaldéhyde, on utilise respectivement 3,9, 3,8 et 3,7 moles. Les résultats sont donnés dans le Tableau 2.

Me

TABLEAU 2

<u>N° de l'exemple</u>		<u>Moles de formaldéhyde</u>	<u>Angle de récupération °</u>	<u>Résistance à la traction</u>
5	6	4	306	1,65
	7	3,9	297	1,82
	8	3,8	295	1,65
	9	3,7	320	1,43
Témoin			277	1,05

10

EXEMPLES 10-15

On répète l'expérience de l'Exemple 6 dans ses détails essentiels mais on fait varier la teneur en nitropropane de 1 mole (90 g) à 0,95, 0,90, 0,85, 0,80 et 0,75 pour les Exemples 10 à 15 respectivement. Les résultats sont donnés dans 15 le Tableau 3.

TABLEAU 3

	N° de l'exemple	Moles de 2-NP	Angle de récupération °	Résistance à la traction
20	10	1,00	296	1,25
	11	0,95	274	1,22
	12	0,90	299	1,28
	13	0,85	288	1,5
	14	0,80	286	1,6
	15	0,75	306	1,64

25

EXEMPLE 16

On introduit 810 g d'une solution aqueuse à 37 % de formaldéhyde (10 moles) dans un ballon à fond rond et on ajoute 120 g d'urée (2 moles). On fixe un agitateur, un réfrigérant et un thermomètre et on ajuste le pH à 10,52 en utilisant de 30 l'hydroxyde de sodium aqueux à 50 %. On chauffe le ballon et son contenu à 60°C tout en agitant et on les maintient à cette température pendant 4 heures (seulement 2 heures étaient prévues). Puis on ajuste le pH à 9,0 en utilisant de l'acide chlorhydrique à 20 % et on ajoute 203,4 g d'une solution aqueuse 35 à 64,4 % de 2-nitro-2-méthyl-1-propanol (110 moles). Après 15 minutes, un échantillon refroidi à la température ambiante est limpide. On ajoute de l'acide chlorhydrique supplémentaire pour ajuster le pH à 6,0 et on maintient la température à 60°C pendant

une heure supplémentaire. Puis on dilue avec 75,5 ml d'eau.

On traite un échantillon de la solution précédente avec du chlorure de magnésium comme catalyseur et on utilise la solution résultante pour traiter un échantillon de textile classique. L'angle de récupération est de 296° . De même, un échantillon de textile traité par une résine catalysée par du nitrate de zinc a un angle de récupération de 300° .

On traite par cette résine un échantillon de matériau cellulosique non tissé. Il a une résistance mécanique élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 17

On répète l'expérience de l'Exemple 16 dans ses détails essentiels mais on ramène à 648 g (8 moles) le poids de formaldéhyde, on augmente le poids de nitrométhylpropanol à 277 g (1,5 mole) et la période de chauffage à pH 10,5 est de 2 heures. L'angle de récupération du tissu traité par la résine catalysée par le chlorure de magnésium est de 289° et celui du tissu traité par la résine catalysée par le nitrate de zinc est de 304° .

20

EXEMPLE 18

On répète l'expérience de l'Exemple 17 dans ses détails essentiels mais on augmente à 375 g (1 mole) la quantité de 2-nitro-2-méthyl-1-propanol. Quand on utilise comme catalyseur le chlorure de magnésium, on obtient un angle de récupération de 299° et, quand on utilise du nitrate de zinc, l'angle de récupération est de 294° .

EXEMPLE 19

On répète l'expérience de l'Exemple 18 dans ses détails essentiels mais on réduit la quantité de nitrométhylpropanol à 203 g (1 mole). Quand on utilise du chlorure de magnésium comme catalyseur, l'angle de récupération est de 295° et quand on utilise du nitrate de zinc comme catalyseur, il est de 299° .

EXEMPLE 20

On répète l'expérience de l'Exemple 17 dans ses détails essentiels mais on ramène les quantités d'urée et de formaldéhyde respectivement à 60 g (1 mole) et 325 g (4 moles) et, après chauffage pendant 2 heures, on ajoute 72 g d'une solution à 40 % de glyoxal (0,5 mole) et on poursuit le chauffage pendant

une heure supplémentaire à 50°C. On ramène le pH à 9,0 et on poursuit le chauffage pendant une heure supplémentaire. Le pH est descendu à 8,35 de sorte qu'on l'augmente à 9,2 et on ajoute 66,7 g de 2-nitropropane (0,75 mole). Après 15 minutes, 5 on ramène le pH à 6,0 et après une heure supplémentaire de chauffage, on arrête la réaction. Quand on utilise comme catalyseur du chlorure de magnésium, l'angle de récupération est de 278° et quand on utilise du nitrate de zinc, il est de 287°.

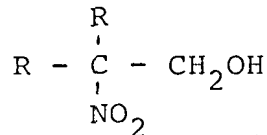
10 On traite par cette résine un échantillon de matériau cellulosique non tissé. Il a une résistance mécanique élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 21

On répète dans ses détails essentiels l'expérience de 15 l'Exemple 16 mais on réduit à 55 moles la quantité de 2-nitro-2-méthyl-1-propanol et on ajoute 55 moles de 2-nitropropane. On traite un échantillon de textile par cette résine. Il a un angle de récupération élevé quand on détermine son infroissabilité. On traite par cette résine un échantillon d'un article en 20 papier. Il a une résistance mécanique élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

REVENDEICATIONS

1. Produit résineux comprenant une résine urée-formaldéhyde durcissable, modifiée par 0,25 à 3,0 moles d'un nitroalcanol ou d'un nitroalcane ayant de 1 à 3 atomes de carbone, par mole d'urée, ledit nitroalcanol étant représenté par la formule :



10

dans laquelle R est un atome d'hydrogène ou un groupement méthyle, éthyle ou hydroxyméthyle.

2. Produit résineux selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'urée est l'éther méthylique, éthylique, propylique ou butylique de l'urée.

3. Produit résineux selon l'une ou l'autre des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la résine urée-formaldéhyde est modifiée par jusqu'à 1,5 mole de glyoxal par mole d'urée, avant la réaction avec le nitroalcanol.

4. Produit selon l'une quelconque des revendications 1, 2 et 3, caractérisé en ce que le nitroalcanol est choisi entre le tris(hydroxyméthyl)nitrométhane, le 2-nitro-2-méthyl-1,3-propanediol, le 2-nitro-2-éthyl-1,3-propanediol, le 2-nitro-2-méthyl-1-propanol ou le 2-nitro-1-butanol.

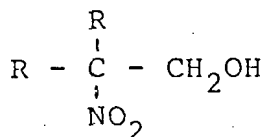
5. Produit selon l'une quelconque des revendications 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que le nitroalcane est choisi entre le nitrométhane, le nitroéthane ou le nitropropane.

6. Produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la résine urée-formaldéhyde est modifiée par jusqu'à 1,5 mole de glyoxal, par mole d'urée, avant la réaction avec le nitroalcane.

7. Produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la résine urée-formaldéhyde est modifiée par un mélange de nitroalcane et de nitroalcanol dans une quelconque proportion.

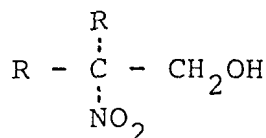
8. Procédé de préparation du produit selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend les opérations consistant : (a) à faire réagir l'urée et le formaldéhyde

dans un rapport molaire d'environ 1:1-5 respectivement à un pH neutre ou alcalin ; (b) à faire réagir le produit de l'étape (a) avec de 0,25 à 3 moles, par mole d'urée, d'un nitroalcanol ou d'un nitroalcane de 1 à 3 atomes de carbone, ledit nitro-
5 alcanol étant représenté par la formule :



10 dans laquelle R est un atome d'hydrogène ou un groupement méthyle, éthyle ou hydroxyméthyle ; (c) à ajuster le pH à environ 5-7 et (d) à achever la réaction.

9. Procédé de préparation du produit selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes
15 consistant (a) à faire réagir l'urée avec environ 0,25 à 3 moles d'un nitroalcanol représenté par la formule :



20

dans laquelle R est un atome d'hydrogène ou un groupement méthyle, éthyle ou hydroxyméthyle, ou avec un nitroalcane de 1 à 3 atomes de carbone ; (b) à faire réagir le produit de l'étape (a) avec d'environ 1 à 5 moles de formaldéhyde à un pH de 7 à environ 11 ;
25 (c) à ajuster le pH à environ 5 et (d) à achever la réaction.

10. Procédé de préparation d'un produit selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant (a) à faire réagir le formaldéhyde avec un nitro-
alcane de 1 à 3 atomes de carbone dans un rapport molaire de 1 à
30 5 moles de formaldéhyde, par mole de l'urée utilisée dans l'étape (b) ultérieure, et de 0,25 à 3,0 moles de nitroalcane par mole d'urée, à un pH d'environ 7 à 11 ; (b) à faire réagir le produit de l'étape (a) avec environ 1 mole d'urée ; (c) à ajuster le pH à environ 5-7 et (d) à achever la réaction.

35 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8, 9 ou 10, caractérisé en ce que le pH alcalin est 10,0 à 10,5.

12. Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 8 et 10, caractérisé en ce que le nitroalcane est ajouté à un

rapport molaire d'environ 0,75 à 1,0 par mole d'urée.

13. Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 8 et 10, caractérisé en ce que la réaction avec le nitroalcane est effectuée à environ 75-80° jusqu'à ce qu'on obtienne une solution limpide à la température ambiante.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 13, caractérisé en ce qu'on ajuste le pH à environ 5 quand on obtient une solution limpide.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 14, caractérisé en ce que le nitroalcane est choisi entre le nitrométhane, le nitroéthane, le 1-nitropropane ou le 2-nitropropane.

16. Procédé selon l'une ou l'autre des revendications 8 et 10, caractérisé en ce qu'on fait réagir du glyoxal avec le produit de l'étape (a), en quantité allant jusqu'à 1,5 mole par mole d'urée.

17. Procédé de préparation d'un tissu infroissable, caractérisé en ce qu'on imprègne le tissu avec une solution de la résine selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 et un catalyseur approprié et on chauffe à une température de 108 à 177°C pour effectuer le durcissement de la résine.

18. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que le tissu est un textile tissé de laine ou de coton ou un produit non tissé de fibres cellulosiques.

19. Tissu infroissable obtenu en imprégnant le tissu avec une solution de la résine selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 et un catalyseur approprié, et en chauffant à 108-177°C.

20. Produit tissé selon la revendication 19, fait de laine ou de coton ou de fibres cellulosiques.

ORIGINAL en QUINZE PAGES,
comportant zéro mot nul
et zéro mot rajouté.

Par procuration de la Société dite :
INTERNATIONAL MINERALS &
CHEMICAL CORPORATION,
la Société LANGNER PARRY
C/O M. Frank Seifert
77 Frans De Ceusterlei
SCHOTEN 2120 BELGIQUE.

le 25 mai 1980
J. Courmeau