

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 17207

(54) Composition d'agent de réticulation, en particulier de résine urée-aldéhyde, modifié par un nitroalcanol et/ou nitroalcane et son utilisation pour traiter des textiles tissés ou non tissés.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). D 06 M 15/58, 13/38; C 08 K 5/32; C 08 L 61/24;
D 21 H 3/02; B 27 K 3/50.

(22) Date de dépôt 4 août 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : EUA, 3 août 1979, n° 63.221.

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 8 du 20-2-1981.

(71) Déposant : INTERNATIONAL MINERALS & CHEMICAL CORPORATION, société constituée
sous les lois de l'Etat de New York, résidant aux EUA.

(72) Invention de : Jerry H. Hunsucker et Milton E. Woods.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Langner-Parry,
7, rue de la Paix, 75002 Paris.

Cette invention concerne une composition urée-aldéhyde. Dans un aspect particulier, elle concerne une composition de résine urée-aldéhyde ayant une utilité particulière pour traiter les textiles et les produits
5 cellulosiques 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
10 cellulosiques non tissés, est bien connue et a une grande importance et un 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 présente ces propriétés à un certain degré
15 intéressant. Bien qu'un grand nombre de fibres synthétiques possèdent de façon inhérente une élasticité et une infroissabilité, les tissus contenant des fibres de cellulose doivent être traités chimiquement pour acquérir ces propriétés importantes que nécessite le marché moderne
20 des textiles.

En plus de l'infroissabilité et des propriétés de non-repassage permanent, il est très indiqué que les produits cellulosiques non tissés présentent de bonnes caractéristiques de résistance mécanique à l'état humide. Un grand nombre
25 d'articles en papier manquent cependant tout particulièrement de résistance mécanique à l'état humide à moins qu'ils ne soient traités. Les principaux traitements chimiques qui fournissent l'infroissabilité et les propriétés de non-repassage permanent dans les textiles et les produits non
30 tissés contenant de la cellulose sont ceux dans lesquels les molécules de cellulose 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
35 sur les tissus cellulosiques sont les produits d'addition de N-méthylol formés en faisant réagir des composés azotés avec le formaldéhyde. Pour améliorer les réactions entre la cellulose et ces produits d'addition, on peut utiliser un grand nombre de composés ou de catalyseurs.

A l'heure actuelle, les résines urée-formaldéhyde et urée-glyoxal (c'est-à-dire les éthylène-urées) sont utilisées en grand volume. Cependant, le glyoxal est une matière première coûteuse et il serait avantageux d'utiliser une résine urée-formaldéhyde plus économique. D'autres produits couramment utilisés pour fournir l'infroissabilité comprennent les agents de réticulation de la cellulose comme les carbamates, les triazones, les mélamines et les méthylol-mélamines.

Ces produits présentent tous un autre problème, c'est-à-dire qu'ils donnent de l'aldéhyde libre résiduel, par exemple du formaldéhyde, sur le tissu ou tout autre objet ce qui est gênant car il a tendance à polluer l'environnement. De même, de nombreuses autres industries utilisant des résines à base de formaldéhyde doivent faire face à des problèmes de santé du travail en raison de la présence du formaldéhyde.

C'est un but de cette invention de fournir un procédé amélioré de traitement des fibres cellulosiques et autres, et de fournir un mélange de résines urée-aldéhyde ayant une utilité particulière pour traiter les textiles et les produits cellulosiques non tissés.

En conséquence, la présente invention fournit une composition comprenant un agent de réticulation et un nitroalcanol ayant de 1 à 3 atomes de carbone, ou un nitroalcanol ou un de leurs mélanges, dans un rapport molaire de 0,25 à 3,0 par mole d'agent de réticulation.

Le nitroalcanol est représenté par la formule :



où R et R¹ sont des atomes d'hydrogène ou des groupements méthyle, éthyle ou hydroxyéthyle, et sont identiques ou différents. De préférence, mais non nécessairement, le mélange est utilisé sous forme d'une dispersion ou solution aqueuse. On envisage également que le mélange puisse être préparé par l'utilisateur immédiatement avant l'application

aux tissus ou aux textiles.

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

C'est un mode de réalisation de la présente invention que l'aldéhyde libre résiduel dans une résine contenant un aldéhyde, par exemple une résine urée-formaldéhyde, urée-glyoxal, ou un agent de réticulation à base d'aldéhyde ou un produit en contenant puisse être significativement diminué lorsque l'on utilise un nitroalcanol ou un nitroalcanol avec la résine, par exemple une résine urée-aldéhyde ou avec l'agent de réticulation. L'expression "à base d'aldéhyde" désigne que la résine ou l'agent de réticulation comporte un aldéhyde, généralement le formaldéhyde, en tant que l'un des réactifs dans sa fabrication.

Il n'est pas prévu de limiter l'invention au traitement des textiles. Il est en outre envisagé que les nitroalcanols sont utilisables avec tous les résines, monomères et agents de réticulation à base d'aldéhyde, et les procédés et produits les utilisant, comme les résines phénol-formaldéhydes, etc...

C'est un autre mode de réalisation de cette invention de fournir un procédé permettant d'améliorer le toucher des textiles et non tissés infroissables, en les traitant par un nitroalcanol ayant la formule précédente.

On va maintenant décrire l'invention plus en détail.

La composition de cette invention est un mélange d'une résine, d'un monomère ou d'un autre agent de réticulation, généralement mais non nécessairement conçu pour donner aux textiles une infroissabilité et des propriétés de non-repassage permanent, comme une résine urée-aldéhyde durcissable ou une autre résine contenant un aldéhyde ou le monomère correspondant, dont un grand nombre sont connus, et d'un nitroalcanol ou d'un nitroalcanol ou d'un de leurs mélanges. L'expression "durcissable" indique que l'agent de réticulation, le monomère ou la résine n'est pas complètement polymérisé et peut réagir par la suite avec

des agents de réticulation ou similaires. Ci-après,
l'expression "agent de réticulation" est utilisée pour
désigner les monomères, résines et liants à base
5 d'aldéhyde.

La résine urée-aldéhyde de cette invention est
soit une résine urée-formaldéhyde soit une résine urée-
glyoxal (c'est-à-dire éthylène-urée) , de préférence
une résine urée-formaldéhyde. On peut également utiliser
10 pour former la résine des urées substituées . A la place
des résines, on utilise de nombreuses substances monomères
à base d'aldéhyde comme agents de réticulation pour les
molécules du textile. Celles couramment utilisées comprennent,
sans leur être limités les carbamates, comme le carbamate de
15 2-méthyléthyle ; les mélamines modifiées, comme les méthylol-
mélamines méthylées ; les éthylène-urées ; et les triazones,
comme celles décrites dans le brevet des E.U.A. N°2917411.
Plus particulièrement, on utilise couramment les composés
suivants, qui sont tous préparés en utilisant un aldéhyde,
20 notamment le formaldéhyde, comme substance de départ :
la méthylolurée ; la diméthoxyméthylurée ; la méthoxyméthyl-
mélamine (triméthoxyméthyle à hexaméthoxy) ; le diméthylol-
alcanediol-diuréthane ; la diméthyloléthylène-urée ; la
diméthyloldihydroxyéthylène-urée ; la diméthylolpropylène-
25 urée ; la diméthylol-4-méthoxy-5,5-diméthylpropylène-urée ;
la diméthylol-5-hydroxypropylène-urée ; le diméthylolhexa-
hydrotriazonone ; la diméthoxyméthyluréone ; la tétra-
méthylolacétylène-diurée ; les diméthylol-carbamates de
formule



où R est un groupement alkyle, hydroxyalkyle, ou alcoxy-
35 alkyle ; le méthylolacrylamide , et les diméthylolalcane-
diols.

Le procédé de cette invention permettant de diminuer
de façon importante ou d'éliminer la présence de formaldéhyde
libre, ainsi que d'autres modes de réalisation, peut être

utilisé dans des procédés mettant en oeuvre les agents de réticulation précédents.

La quantité de nitroalcane ou nitroalcanol utilisée n'est pas déterminante mais quand la résine est une résine urée-formaldéhyde, la quantité utilisée est comprise entre 0,25 et 3,0 moles par mole d'urée utilisée pour préparer la résine. Par exemple, on prépare généralement la résine urée-formaldéhyde, comme on le sait dans le domaine, selon un rapport molaire d'environ 1 à 1-5 respectivement. En conséquence, la quantité de nitroalcane, par exemple de nitrométhane, utilisée serait comprise entre environ 5 et 90 g pour 100 g de résine, si la résine urée-formaldéhyde est dans le rapport 1:5 respectivement ; ou bien si la résine urée-formaldéhyde est dans un rapport de 1:1, la quantité de nitrométhane serait comprise entre environ 15 et 200 g pour 100 g de résine. Si le nitro-alcanol est le 2-nitro-2-méthyl-1-propanol (NMP), on l'utilise à raison d'environ 115 à 350 g pour 100 g de résine, quand la résine urée-formaldéhyde est dans un rapport de 1:1. Quand le rapport est de 1:5, le NMP utilisé est compris entre environ 50 et 150 g pour 100 g de résine. Quand on utilise d'autres nitro-alcanes et/ou nitro-alcanols, les quantités sont proportionnelles à celles du nitro-méthane et/ou NMP. Quand la résine est une résine urée-glyoxal, on utilise des quantités comparables de nitroalcane et/ou nitroalcanol.

Quand on utilise d'autres résines ou agents de réticulation contenant de l'aldéhyde à non-repassage permanent, la quantité de nitroalcanol ou nitroalcane à utiliser est généralement comprise entre 18 et 142 parties pour 100 parties en poids de résine. Cependant, cet intervalle n'est pas déterminant.

C'est un autre mode de réalisation de cette invention de faire réagir la résine urée-formaldéhyde avec jusqu'à 1,5 mole de glyoxal par mole d'urée, avant le mélange avec le nitroalcanol ou le nitroalcane ou leurs mélanges. Il est également envisagé que la mélamine puisse être utilisée comme agent de réticulation à la place du glyoxal.

Les nitroalcanols utilisables en 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 ; 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 le domaine et sont considérés comme des équivalents évidents des 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 nitroalcan total est de préférence utilisé dans une proportion d'environ 0,5-1,0 mole, et l'on préfère particulièrement 0,75 mole, par mole d'urée. Il est entendu que l'invention n'est pas limitée à ces nitroalcanes. D'autres sont connus dans le domaine et sont considérés comme étant les équivalents évidents des précédents.

Quand le nitrométhane est utilisé comme nitroalcan, on préfère également ajouter trois moles de formaldéhyde par mole de nitrométhane. Quand on utilise le nitroéthane ou le 1-nitropropane, on préfère ajouter 2 moles de formaldéhyde par mole de nitroalcan. Quand on utilise le 2-nitropropane , on préfère ajouter une mole de formaldéhyde par mole de nitroalcan.

Les résines urée-aldéhyde et les autres agents de réticulation utilisables dans la mise en oeuvre de cette invention sont connus dans le domaine et sont disponibles dans le commerce pour la préparation de textiles et de produits cellulosiques non tissés infroissables. Les résines et les autres agents de réticulation sont incomplètement polymérisés de sorte que lorsqu'ils sont imprégnés, par exemple sous forme d'une dispersion aqueuse, sur le textile, une polymérisation plus poussée, ou durcissement, a lieu au cours d'un chauffage.

Les résines urée-formaldéhyde utilisées dans ce but sont généralement préparées en faisant réagir le formaldéhyde

et l'urée dans des conditions alcalines, par exemple à un pH d'environ 7 à 11, de préférence 8,0 à 10,5, et particulièrement à environ 10,0 - 10,5. Le pH peut être fourni
5 par un quelconque réactif alcalin dont un grand nombre sont connus, par exemple les carbonates, bicarbonates, oxydes ou hydroxydes minéraux, y compris ceux de sodium, potassium et lithium. On préfère l'hydroxyde de sodium.

On prépare les résines urée-formaldéhyde préférées
10 utilisées dans la mise en oeuvre de cette invention, à un rapport molaire de 4 à 6 moles de formaldéhyde, par mole d'urée. Ces résines sont généralement connues dans le domaine comme des résines "uron", à distinguer de celles formées à un rapport molaire allant jusqu'à 3:1. L'analyse
15 par mesure de la résonance magnétique nucléaire d'un échantillon (sans nitroalcane ou nitroalcanol) de la composition de cette invention indique ce qui suit :

	Diméthyloluron	39,2 %
	Diméthoxyuron	22,1 %
20	Monométhyloluron	18,4 %
	Triméthylolurée	9,6 %
	Sym. Diméthylolurée	5,5 %
	Monométhylolurée	5,3 %

La réaction du formaldéhyde et de l'urée est de
25 préférence, mais non nécessairement, effectuée dans des conditions alcalines à des températures élevées 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 refroidit le mélange réactionnel jusqu'à
30 environ 55-65°C et on ajuste le pH à environ 5,0 - 7,0. L'ajustement du pH peut être effectué par un quelconque acide organique ou minéral soluble dans l'eau. En général, on utilisera un acide dilué, comme l'acide chlorhydrique, phosphorique, sulfurique, p-toluènesulfonique, etc...,
35 bien entendu dilué. La période de chauffage est ensuite poursuivie à 55-60°C pendant une heure supplémentaire pour s'assurer d'une réaction totale. Puis on laisse le produit de la réaction refroidir et, si on le désire, on peut le diluer jusqu'à environ 25 à 45% de solides, ce qui accélère

le processus de refroidissement.

Les résines urée-glyoxal utilisables dans la mise en oeuvre de cette invention sont connues dans le domaine. Elles sont disponibles dans le commerce chez, par exemple, Sun Chemical Corporation, Chester, Caroline du Sud, U.S.A., sous la marque "Permafresh". L'une quelconque des résines urée-glyoxal peut être utilisée dans la mise en oeuvre de cette invention.

Une dispersion ou solution à 25 % du mélange résineux est préférée dans le domaine pour traiter le textile ou tout autre objet cellulosique non tissé. De préférence, elle est utilisée avec un catalyseur, par exemple le chlorure de magnésium ou le nitrate de zinc. 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 4 parties de la solution de résine à 25 %. Le textile ou tout autre objet cellulosique non tissé est ensuite saturé du mélange, pressé jusqu'à une prise à l'état humide de 60 % puis chauffé à environ 177°C, par exemple, pour durcir la résine.

Il est envisagé que les produits et objets qui bénéficieront de l'infroissabilité conférée par la résine de la présente invention comprennent, mais ne leur sont pas limités, ceux fabriqués à partir 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 de fibres de bois, et sont utilisés de façon importante. Bien que la plus grande partie des articles non tissés concernent 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..., pour lesquels l'infroissabilité est importante. Le terme tissu tel qu'utilisé ici est envisagé comme comprenant un tel produit contenant de la cellulose. En fait, il est considéré que tout produit

contenant de la cellulose, y compris les textiles, les articles en papier, les planches de particules, les contreplaqués, etc....., mais sans leur être limités, qui sont à traiter par un agent de réticulation, par exemple une résine urée-aldéhyde, bénéficieront du traitement par un nitroalcane ou par un nitroalcanol.

Des avantages importants proviennent de l'utilisation de nitroalcanes et nitroalcanols dans le traitement des textiles et des produits cellulosiques non tissés par des résines urée-aldéhyde. Les tissus traités ont un toucher nettement amélioré quand le traitement est effectué en présence de nitroalcanes ou nitroalcanols, et la teneur en aldéhyde résiduel est nettement diminuée ce qui améliore l'environnement. En outre, la présente invention rend possible l'utilisation de résines urée-formaldéhyde (uron) dans le processus d'infroissabilité tout en obtenant des résultats comparables ou meilleurs à ceux que donnent les résines de prix élevé comme les résines urée-glyoxal. En outre, les nitroalcanols effectuent un durcissement plus rapide des résines aux températures couramment utilisées, ou à des températures inférieures ils effectuent un meilleur durcissement donnant un meilleur angle de récupération. Ils ont donc tendance à permettre la conservation de l'énergie. D'autres avantages seront également évidents pour l'homme de l'art.

L'invention sera mieux comprise en se référant aux exemples suivants. Il est entendu que les exemples sont donnés uniquement à titre illustratif et il ne faut pas considérer que l'invention sur est limitée.

30

EXEMPLE 1

On introduit 324 g (4 moles) d'une solution à 37 % de formaldéhyde et 60 g (1 mole) d'urée dans un récipient de réaction équipé d'un réfrigérant et d'un agitateur. On ajuste le pH à 10,8 en utilisant de l'hydroxyde de sodium à 50 %. On chauffe le mélange à 60°C pendant 5 heures, en formant ainsi une solution d'un prépolymère urée-formaldéhyde classique.

On sépare le mélange en deux parties de 192 g chacune. On réserve une partie et on l'appelle solution A. A l'autre

partie, la solution B, on ajoute 76,2 g d'une solution aqueuse à 65 % de 2-nitro-2-phényl-1-propanol (49,53 g en poids sec, 0,48 mole) et 41,54 g d'eau pour obtenir une teneur totale en matières solides de 45 %. On dilue ensuite cette solution à 25 % de matières solides en ajoutant 44,5 parties d'eau pour 55,5 parties de solution B. A 100 parties de cette solution, on ajoute 25 parties d'une solution aqueuse à 25 % de chlorure de magnésium.

On détermine la défroissabilité par la méthode d'essai 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 un four à 180°C pendant 90 minutes. On découpe dans le tissu 10 échantillons de 40 mm de longueur et 15 mm de largeur, 5 ayant leur grande dimension parallèle à la chaîne et 5 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 l'angle de récupération total. On traite des échantillons similaires avec la même solution de résine A mais sans addition de NMP. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau.

La réduction en formaldéhyde libre résiduel est remarquable. Le tissu traité par la solution B a une toucher supérieur à celui traité par la solution A.

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

TABLEAU

Numéro de l'exemple	Formaldéhyde libre sur le tissu	Angle de récupération (°)	Résistance à la traction (N/m ²)
1A	220 ppm	328	1,64.10 ⁵
1B	115 ppm	318	1,45.10 ⁵
2A	615 ppm	281	1,59.10 ⁵
2B	215 ppm	315	1,61.10 ⁵

TABLEAU (Suite)

Numéro de l'exemple	Formaldéhyde libre sur le tissu	Angle de la récupération	Résistance à la traction (N/m ²)
5			
	3A	310 ppm	262
	3B	110 ppm	265
	12A	630 ppm	320
	12B	480 ppm	335
			2,10.10 ⁵
			2,02.10 ⁵
			1,40.10 ⁵
			1,45.10 ⁵

10

EXEMPLE 2

On introduit 910 g (11,2 moles) d'une solution aqueuse à 36 % de formaldéhyde, dans un ballon à fond rond et on ajuste le pH à 7,5. On ajoute 120 g (2 moles) d'urée. On fixe un agitateur, un réfrigérant et un thermomètre.

15 On chauffe le mélange réactionnel à reflux pendant deux heures tout en agitant. Puis on le laisse refroidir et l'on divise la solution à 45,16 % de matières solides en deux parties appelées A et B respectivement.

20 On dilue la partie A à environ 25 % en ajoutant 44,5 parties d'eau à 55,5 parties de A. Puis on lui ajoute 25 parties d'une solution à 25 % de chlorure de magnésium. Cette solution est utilisée comme témoin pour traiter le tissu comme décrit dans l'exemple 1.

25 On mélange 465 g de la partie B avec 152,4 parties d'une solution à 64,8 % de NMP, ce qui donne un total de 617,4 g d'une solution à 50 %. Puis on ajoute 68,55 g d'eau pour obtenir une solution à 45 %. A 55,5 parties de cette solution, on ajoute 44,5 parties d'eau pour obtenir une solution à 25 % et enfin on lui ajoute 25 g d'une solution à 25 % de chlorure de magnésium. On utilise ensuite cette solution pour traiter un tissu. Les résultats sont donnés dans le tableau. Le tissu traité par le NMP et la résine présente un bon toucher, lisse et doux. Le tissu témoin est lisse mais rigide.

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

EXEMPLE 3

On répète l'expérience de l'exemple 2 dans ses détails

essentiels mais on fait réagir l'urée et le formaldéhyde dans un rapport molaire de 1:1,6 respectivement. Le tissu témoin a un toucher médiocre, un toucher rigide et rêche.
5 Le tissu traité par NMP a un bon toucher, lisse et pliable. Les résultats sont donnés dans le tableau.

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

10

EXEMPLE 4

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace le NMP par le 2-nitro-1-butanol. Un tissu de coton ainsi traité présente un angle de récupération élevé. Un échantillon de matériau cellulosique non
15 tissé ainsi traité a une résistance élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 5

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace le NMP par des quantités
20 équimolaires de tris(hydroxyméthyl)nitrométhane. Un tissu de coton ainsi traité présente un angle de récupération élevé. Un échantillon de matériau cellulosique non tissé ainsi traité a une résistance élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

25

EXEMPLE 6

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace le NMP par du 2-nitro-2-méthyl-1,3-propanediol. Un tissu de coton ainsi traité présente un
30 angle de récupération élevé. Un échantillon de matériau cellulosique non tissé ainsi traité a une résistance élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 7

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace le NMP par du 2-nitro-2-éthyl-
35 1,3-propanediol. Un tissu de coton ainsi traité présente un angle de récupération élevé. Un échantillon de matériau cellulosique non tissé ainsi traité présente une résistance élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 8

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace le NMP par du nitrométhane sur une
5 base équimolaire, et on ajoute 3 moles de formaldéhyde par mole de nitrométhane. Un tissu de coton ainsi traité présente un angle de récupération élevé. Un échantillon de matériau cellulosique non tissé ainsi traité a une
résistance mécanique élevée à l'état mouillé et une bonne
10 stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 9

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace le NMP par du nitroéthane sur
une base équimolaire et l'on ajoute 2 moles de formaldéhyde
15 par mole de nitroéthane. Un tissu de coton ainsi traité présente un angle de récupération élevé. Un échantillon de matériau cellulosique non tissé ainsi traité a une résistance élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

20

EXEMPLE 10

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace le NMP par du nitropropane sur une base équimolaire et l'on ajoute 2 moles de formaldé-
hyde par mole de nitropropane. Un tissu de coton ainsi
25 traité présente un angle de récupération élevé. Un échantillon de matériau cellulosique non tissé ainsi traité présente une résistance mécanique élevée à l'état humide et une bonne stabilité dimensionnelle.

EXEMPLE 11

30 On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais, après préparation de la résine urée-formaldéhyde, on la chauffe encore à 50°C pendant deux heures avec 0,5 mole de glyoxal par mole d'urée. On ajuste le pH à 9,2 et on ajoute 0,75 mole de 2-nitro-2-méthyl-
35 l-propanol. On utilise ce mélange pour traiter une toile de coton et un échantillon de matériau cellulosique non tissé.

EXEMPLE 12

A. A 55,5 ml d'une solution aqueuse à 45 % d'une
résine urée-glyoxal, on ajoute 44,5 ml d'eau. La résine
provient de chez Sun Chemical Company et est appelée
"Permafresh LF". A cette solution, on ajoute 22 g d'une
solution à 65 % de NMP et 25 ml d'une solution à 25 %
de chlorure de magnésium, ce qui donne au total 150 ml .
On ajuste le pH à environ 5 avec une solution à 1 % d'hydro-
xyde de sodium. On traite un échantillon de tissu avec
cette solution et on détermine sa defroissabilité comme
décrit dans l'exemple 1. Les résultats sont donnés dans le
tableau.

B. On répète l'expérience précédente dans ses détails
essentiels mais on remplace le NMP par 25 ml d'eau. Les
résultats sont donnés dans le tableau .

EXEMPLE 13

On répète l'expérience de l'exemple 12-A dans ses
détails essentiels mais on remplace le 1-nitropropane
par du NMP sur une base équimolaire et on ajoute 2 moles
de formaldéhyde. On obtient un tissu infroissable.

EXEMPLE 14

On répète l'expérience de l'exemple 13 dans ses
détails essentiels mais on remplace le NMP par du nitro-
méthane sur une base équimolaire et on ajoute 3 moles de
formaldéhyde. On obtient un tissu infroissable.

EXEMPLE 15

On répète l'expérience de l'exemple 13 dans ses
détails essentiels mais on remplace le NMP par une mole
de 2-nitropropane et 1 mole de formaldéhyde. On obtient
un tissu infroissable.

EXEMPLE 16

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails
essentiels mais on remplace la résine urée-formaldéhyde
par une résine Supérez AVG, une résine de carbamate fabri-
quée par Proctor Chemical Company. Le tissu traité par
NMP a un toucher supérieur à celui qui n'est pas traité
par NMP.

EXEMPLE 17

On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace la résine urée-formaldéhyde
 5 par une résine Resimenl 842, une méthylolmélamine méthylée, fabriquée par Monsanto Chemical Company. Le tissu traité par du NMP a un toucher supérieur à celui qui n'est pas traité par du NMP.

EXEMPLE 18

10 On répète l'expérience de l'exemple 1 dans ses détails essentiels mais on remplace la résine urée-formaldéhyde par la résine Reactant 475, une résine de triazone fabriquée par Quaker Chemical Company. Le tissu traité par du NMP
 15 a un toucher supérieur à celui qui n'a pas été traité par du NMP.

EXEMPLE 19

On prépare deux bains de foulardage comme suit :

		A	B
	Eau	31,54 kg	32,13 kg
20	Agent de réticulation, 43 %	5,04	3,26
	NMP, solution à 64,8 %	-	1,19
	Surfactif, 50 %	0,21	0,21
		4,20	4,20
	Catalyseur	1,01	1,01

25 L'agent de réticulation est une solution tamponnée à 43 % de 4,5-dihydroxy-1,3-diméthyloléthylène-urée (Protocol C, vendu par Proctor Chemical Company). Le catalyseur est une solution à 50 % de nitrate de zinc.

30 On traite des échantillons de toile de coton par les compositions précédentes et on les sèche pendant 90 secondes à 132°C. Puis on les durcit par chauffage à 177°C pendant 60 , 120 et 240 secondes respectivement. Puis on détermine le formaldéhyde libre résiduel sur le tissu. Les résultats sont les suivants.

	Durée de durcissement	Formaldéhyde		Diminution du formaldéhyde
		A	B	
5	60 s	950 ppm	300 ppm	68,4 %
	120 s	900 ppm	290 ppm	64,2 %
	240 s	800 ppm	260 ppm	67,4 %

EXEMPLE 20

10 On répète l'expérience de l'exemple 19 dans ses détails
essentiels mais on double la concentration de l'agent
de réticulation, ce qui donne la composition suivante :

	A	B
Eau	26,50 kg	27,68 kg
Agent de réticulation, 43 %	10,08	6,52
15 NMP, solution à 64,8 %	-	2,38
Surfactif, 50 %	0,21	0,21
	4,20	4,20
Catalyseur	1,01	1,01

20 La teneur résiduelle en formaldéhyde libre restant
sur le tissu après durcissement est la suivante :

	Durée de durcissement	Formaldéhyde		Diminution du formaldéhyde
		A	B	
	60 s	2820 ppm	1285 ppm	54 %
25	120 s	2646 ppm	1145 ppm	56 %
	240s	2228 ppm	1000 ppm	55 %

REVENDICATIONS

1. Composition de traitement de textiles et autres articles, caractérisée en ce qu'elle comporte un agent de
5 réticulation et un nitroalcane de 1 à 3 atomes de carbone ou un nitroalcanol ou un de leurs mélanges, dans un rapport molaire de 0,23 à 3,0 par mole d'agent de réticulation.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'agent de réticulation comporte une résine urée-
10 formaldéhyde durcissable.

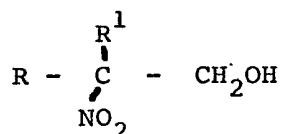
3. Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que l'urée est fournie par l'éther méthylrique, éthyrique, propyrique ou butyrique de l'urée.

4. Composition selon la revendication 2, caractérisée en
15 ce que l'urée est fournie par un éther alkylrique de l'urée, le groupement alkyle ayant de 1 à 4 atomes de carbones.

5. Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que la résine urée-formaldéhyde est modifiée par jusqu'à
1,5 mole de glyoxal par mole d'urée.

20 6. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'agent de réticulation est une éthylène-urée, un carbonate, une méthylolamine méthylée ou une triazone.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que le nitroalcanol est représenté
25 par la formule



où R et R¹ sont des atomes d'hydrogène ou des groupements
30 méthyle, éthyle ou hydroxyméthyle et peuvent être identiques ou différents, ou un mélange de tels nitroalcanols.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que le nitroalcanol est le tris-
(hydroxyméthyl) nitrométhane, le 2-nitro-2-méthyl-1,3-propa-
35 nediol, le 2-nitro-2-éthyl-1,3-propanediol, le 2-nitro-2-méthyl-1-propanol ou le 2-nitro-1-butanol.

9. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que le nitroalcane est le nitro-
méthane, le nitroéthane ou le nitropropane.

10. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que le nitroalcanol est présent à raison de 0,18 à 1,42 parties par partie de résine, en poids.

5 11. Procédé de préparation d'un tissu infroissable, caractérisé en ce qu'on imprègne le tissu avec la composition selon la revendication 1 et un catalyseur approprié et on chauffe à 108-177°C pour durcir la résine.

10 12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que le tissu est un tissu de laine ou coton.

13. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que le tissu est un non-tissé de fibres cellulosiques.