



230904

230904

MEMORIA DESCRIPTIVA  
DE UNA PATENTE DE INVENCION POR VEINTE ANOS EN ESPAÑA A FAVOR DE  
UNION CHIMIQUE BELGE S.A. DE NACIONALIDAD BELGA, RESIDENTE EN BRU-  
SELAS (BELGICA)

sobre:

"NUEVO PROCEDIMIENTO DE HIDROFUGACION".



Existen ya numerosos procedimientos de hidrofugación de materias porosas o fibrosas por medio de resinas organosilícicas disueltas en disolventes orgánicos. Se ha sugerido el empleo de diferentes catalizadores para acelerar la polimerización final de dichas resinas organosilícicas y, asimismo, el suprimir los disolventes orgánicos cuyo empleo ofrece algún riesgo para la higiene del personal ocupado.

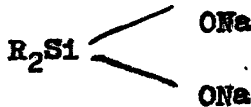
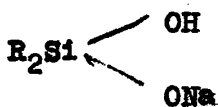
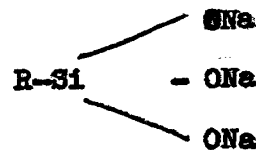
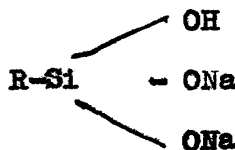
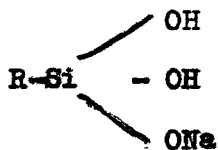
5.-

En el procedimiento según el presente invento, el líquido de hidrofugación contiene una solución de un siliconato alcalino y un compuesto de titanio y de una sustancia aminada.

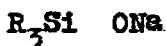
10.-

El siliconato empleado para llevar a cabo el presente invento responde a una de las siguientes fórmulas:

15.-



20.-



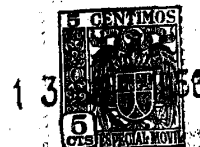
En dichas fórmulas, R designa un radical alcohol de 1 a 6 átomos de carbono.

25.-

Los siliconatos se obtienen por la acción de un hidróxido alcalino sobre un cloro-ó alcoholosisilano. Los siliconatos amflicos, o sea aquellos en los que  $R = n - C_5H_{11}$  han revelado un efecto particularmente eficaz.

30.-

El compuesto de titanio y de una sustancia aminada se prepara a partir de un tetracloruro de titanio o de un titanado de alcohol, por una parte, y de una amina o de un aminoalcohol, por otra. Como amina se pueden citar la dietilentríamina, la isobutilamina, la ciclohexilamina, la morfolina, etc. etc. Como aminoalcohol pueden usarse las di- y trietano-



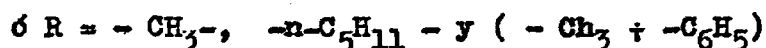
laminas, las di - y triisopropanolaminas, etc.

A continuación se citan los diferentes métodos de preparación:

5.- a) Se calienta hasta unos 115°C una mezcla de tetracloruro de titanio (1 mol) y de glicerina (1,5 a 6 moles). Al producto así obtenido se le agrega una sustancia orgánica de reacción alcalina (1 a 6 moles) y se calienta progresivamente hasta que el líquido no precipite más por adición de agua; para ello se requiere una temperatura de unos 170°C.

10.- b) Se mezclan un mol de titanato de alcoholo y 1,5 a 6 moles de una amina o de un aminoalcohol. Luego se calienta lentamente con agitación mecánica hasta 170°C aproximadamente, es decir, hasta el momento en que ya no existe precipitación por adición de agua.

15.- A la solución de siliconato se la puede agregar una emulsión de una resina organosilícica que responda a la fórmula general



20.-  $x = 1,2 \text{ a } 1,85$

$$x + 2y = 4.$$

25.- Para preparar esta emulsión de resina organosilícica hay que añadir un agente emulsionante, el cual no debe poseer propiedades humectantes demasiado pronunciadas, toda vez que éstas pueden provocar una disminución e, incluso, suprimir el efecto de hidrofugación. Entre los agentes emulsionantes recomendables, figura sobre todo los siguientes:

- Alcohilfenileter polietilenglicol (alcoholo con 8 a 15 átomos de carbono)

30.- - Oleato de trietanolamina

- Acetato de octadecilamina



- Titenate doble de ácido esteárico y de trietanolamina

- Aceite de "talla" condensado con 10 moles de óxido de etileno.

5.- Eventualmente se emplea una mezcla de estos emulsionantes.

Se pueden agregar también productos para estabilizar la emulsión.

10.- El procedimiento de hidrofugación del presente invento permite conferir al mismo tiempo a los productos tratados otras propiedades particulares. Por esto mismo, la mezcla contiene parafina, alcoholes o ácidos grasos para mejorar el tacto, y resinas de urea-formol para que el tejido sea inarrugable.

15.- La cantidad de siliconto (expresada en siliconas  $\text{CH}_3\text{SiO}_{1,5}$ ) que existe en el líquido de hidrofugación puede variar entre 0,5 y 6%. El contenido de titanio oscila entre 0,01 y 0,6%. En cuanto a la resina de siliconas, su contenido es de 0 a 6%.

20.- Dos métodos de aplicación del invento varían de acuerdo con los productos a tratar: textiles naturales o artificiales, papel, cartón, albañilería, etc.

25.- En los ejemplos siguientes se ha tendido únicamente a la hidrofugación de textiles por medio de soluciones y de emulsiones. Huelga decir que estos ejemplos tienen por objeto explicar el invento, pero no el limitarlo.

30.- En todos los ensayos ha sido aplicada la misma técnica y, los mismos, fuerón realizados por una gabardina de algodón previamente desaprestada, aclarada y seca. Se moja una muestra en la solución o emulsión y se la remueve cuidadosamente durante veinte minutos. Después de crearla se secó primero dicha muestra a tempera-



tura ambiente, después durante 30 minutos a 110°C y durante 10 minutos, a 160°C. Por último se la alisó con polanchar caliente.

5.- La hidrofugación realizada según el presente invento está determinada por medio del aparato de Schmerber (ver Teintex, 10, (1948), pág. 136-40). Los resultados se han expresado siempre en milímetros de agua. La hidrofugación es resistente a un lavado realizado con una solución caliente (90-95°C), conteniendo 5 gras. de jabón de Marsellas y 2grs. de carbonato de sodio por litro.  
10.- Cada lavado va seguido de una primera enjuagadura a 60°C y de otras más en agua dulce a temperatura ambiente. Después de éste se somete la muestra al aparato de Schmerber.

15.- Ejemplo 1.

a) Se prepara una solución acuosa de siliconato metílico de sodio neutralizado al ácido acético con un contenido de 30 gras. de silicona  $CH_3SiO_{1,5}$  por litro (solución A).

20.- b) Se calientan a 115°C, 190 gras. de tetracloruro de titanio y 224 gras. de glicerina hasta que se forma un líquido soluble en agua conteniendo un 14% de titanio. De este líquido se toman 343 gras. y se le agregan 447 gras de trietanolamina. Todo ello se calienta con precaución hasta unos 170°C sin dejar de agitar. Entonces se obtiene un líquido homogéneo al que se le diluye con agua destilada para formar una solución B que contenga 7,7 gras de titanio por litro.

25.- c) La solución de hidrofugación contiene:

30.-	Solución A	66 p.
	Solución B	13 p.
	Agua	21 p.

d) Los ensayos con el aparato de Schmerber han



dado los siguientes resultados: Después del tratamiento 356 mm. agua. Después del primer lavado 187 mm. agua.

Ejemplo 2.

- 5.- a) Se prepara una solución A de un silicantao metílico de sodio neutralizado al ácido acético y conteniendo 20% de silicona  $CH_3SiO_{1,5}$
- b) Solución B igual que en el ejemplo 1.
- c) Se prepara una emulsión a base de:
  - Barniz de metilfenilsilicona (R : Si = 1,6), a base de un 50% de disolventes aromáticos y 50% de siliconas. 25 p.
  - Tricloretileno 7 p.
  - Alcoholfenileter polietilenglicol 0,25 p.
  - agua 75 p.
- 10.- d) Se prepara una emulsión D conteniendo:
  - Parafina líquida 7 p.
  - Eter polioxietilado de alcohol graso 0,2 p.
  - agua 63 p.
- 15.- e) El líquido de hidrofugación está compuesto de:
 

Solución A	1,25 p.
Solución B	13 p.
Solución C	17 p.
Emulsión D	20 p p.
Agua	48,75 p.
- 20.- f) Los ensayos con el aparato Schmerber han dado por resultado:
 

Después del tratamiento	170 mm. agua
Después del primer lavado	197 mm. agua
Después del 2º lavado	87 mm. agua.
Después del 3º lavado	70 mm. agua.
- 25.-
- 30.-

Ejemplo 3.

a) Se prepara una solución A de un siliconato amílico de sodio neutralizado al ácido acético, conteniendo

230904



56

do un 2% de silicona  $C_5H_{11}SiO_{1,5}$ .

b) Solución B como en el ejemplo 1.

c) Emulsión C como en el ejemplo 2.

d) Emulsión D como en el ejemplo 2.

5.-

e) El líquido de hidrofugación contiene:

Solución A 1,25% p.

Solución B 13 p.

Emulsión C 17 p.

Emulsión D 20 p.

10.-

Agua 48,75 p.

f) Los ensayos con el aparato de Schmerber han dado como resultado

Después del tratamiento 165 mm. agua

Después del primer lavado 219 mm. agua

15.-

Después del 2º lavado 176 mm. agua

Después del 3º lavado 179 mm. agua.

Ejemplo 4.

a) Solución A de siliconato metílico de sodio lo mismo que en el ejemplo 1.

20.-

b) Se calientan a 100°C 340 grs. de titanato de butilo y 300 grs de trietanolamina. Se obtiene un líquido homogéneo soluble en agua sin precipitación. Se agrega después la cantidad de agua necesaria para obtener una solución B conteniendo 7,7 grs. de titanio por litro

25.-

c) El líquido de hidrofugación contiene:

Solución A 66 p.

Solución B 13 p.

Agua 21 p.

30.-

d) Los ensayos con el aparato de Schmerber han dado el siguiente resultado: Después del tratamiento 376 mm. agua. Después del primer lavado 175 mm. agua. Después del 2º lavado 10 mm. agua.



En resumen, la presente solicitud recaerá sobre las siguientes reivindicaciones:

- 5.- 1ª.- Nuevo procedimiento de hidrofugación, caracterizado porque se emplea un líquido que contiene un siliconato alcalino y un compuesto de titanio y de una sustancia aminada.
- 10.- 2ª.- Nuevo procedimiento, según la reivindicación anterior caracterizado porque el líquido contiene asimismo una emulsión de resina de siliconas.
- 10.- 3ª.- Nuevo procedimiento, según las reivindicaciones 1ª y 2ª., caracterizado porque el siliconato contiene uno o varios radicales alcoholos de 2 a 5 átomos de carbono.
- 15.- 4ª.- Nuevo procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 3ª., caracterizado porque se emplea un siliconato amílico.
- 20.- 5ª.- Nuevo procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 4ª., caracterizado porque el compuesto de titanio y de una sustancia aminada es obtenido por calentamiento de 1 mole de titanato de alcoholo con 1,5 a 6 moles de sustancias aminada.
- 25.- 6ª.- Nuevo procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 4ª., caracterizado porque el compuesto de titanio y de una sustancia aminada es obtenido por calentamiento de 1 mol de tetracloruro de titanio con 1,5 a 6 moles de una sustancia aminada y por nuevo calentamiento.
- 30.- 7ª.- Nuevo procedimiento, según las reivindicaciones 1ª a 6ª., caracterizado porque como sustancia aminada se emplea la dietilentriamina, la isobutilamina, la ciclohexilamina, la morfolina, las di- y trietanolaminas y las di- y triisopropenolaminas.
- 8ª.- Nuevo procedimiento, según las reivindicaciones

230904



ciones anteriores caracterizado porque como resina de silicona se utiliza una metil-, una amil- o una metilfenil-silicena con una relación R : Si comprendida entre 1,2 y 1,85.

5.-

9a.- NUEVO PROCEDIMIENTO DE HIDROFUGACION.

Ségún se describe en la presente memoria que consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 13 SEP. 1956

Francisco Javier Plaza  
P. P.