



265238

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA HIDROFOBACION DE MATERIAL FIBROSO",
a favor de la firma alemana BOHME FETTCHEMIE GMBH, domicilia-
da en DUSSELDORF (Alemania) Henkelstrasse, 67.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha encontrado que productos de transposición a ba-
se de poliaminas que contienen radicales lipófilos que con-
tienen en la molécula más que dos átomos de hidrógeno reaccio-
nables enlazados a nitrógeno y epíclorhidrina, son excelente-
mente apropiados para la hidrofobación de fibras, copos, hilos,
madejas, tejidos, géneros de punto y fieltros a base de cual-
quier material fibroso, así como de papel, cartón y cartón co-
lado a base de fibra celulósica y cuero, o materias substi-
tutivas del cuero a base de fibra de encoladura.

10. Las poliaminas que contienen radicales lipófilos, uti-
lizadas en el procedimiento según la invención, pueden ser obte-



53238

nidas por ejemplo mediante amidación de ácidos grasos de peso molecular más alto o ésteres de ácidos grasos con poliaminas, o bien mediante transposición de poliaminas con tales derivados de alcoholes grasos, aminas grasas, etc. que contienen grupos que reaccionan con aminohidrógenos. Como tales entran

5. en consideración por ejemplo

- alkilhalogenuros,
- éster alkil-sulfúrico,
- éster alkil-arilsulfónico,
- 10. éter alkilclorhidrínico,
- éster alkil-glicidílico.

Para la transposición con estos productos pueden utilizarse poliaminas de naturaleza no cíclica o cíclica, como por ejemplo

- 15. etilendiamina,
- dietilentriamina,
- dipropilentriamina,
- trietilentetramina,
- tetraetilenpentamina,
- 20. fenilendiamina,

y otras alquilen- o arilen-poliaminas. Además pueden utilizarse como poliaminas que contienen radicales lipófilos que contienen en la molécula más que 2 átomos de hidrógeno reaccionables enlazados a nitrógeno, N-alkil-alquilen-diaminas como son obtenidas por ejemplo mediante transposición de alkilaminas de peso molecular más alto con acrilonitrilo y subsiguiente hidrogenación, o mediante transposición de alkilaminas de peso molecular más alto con alquileniminas. Los radicales lipófilos pueden ser de naturaleza alifática, alifático-cicloalifática y lipoaromática. Las poliaminas que contienen

- 25.
- 30.



radicales lipófilos pueden contener en la molécula 1 o varios radicales lipófilos. La suma de los átomos de carbono de los radicales lipófilos ha de ser por lo menos 12, preferentemente 16 - 40.

5. La transposición de estas poliaminas substituídas con epíclorhidrina tiene lugar, igualmente de modo conocido, en caso de necesidad en presencia de disolventes, como alcoholes de bajo peso molecular y/o agua, así como eventualmente en presencia de fijadores de ácidos, como por ejemplo álcalis.

10. Los productos de transposición obtenidos representan substancias pastosas solubles en agua o fácilmente dispersables en agua.

15. El tratamiento del material a hidrofobar con los productos reaccionales propuestos puede llevarse a cabo, tanto en el procedimiento de inmersión, como asimismo de desarrollo en la fibra.

20. En el procedimiento mencionado en primer lugar el género a tratar es saturado por ejemplo en un fuller a temperatura ambiente, o a temperatura poco aumentada, con una solución acuosa que, además de 1 - 80 g/l, preferentemente 5 - 40 g/l de uno de los productos de transposición, contiene una pequeña cantidad de un bicarbonato -preferentemente bicarbonato sódico- o de otro medio de efecto alcalino. Las cantidades en peso indicadas se refieren a la substancia activa. El material tratado, después de exprimido, es secado a temperatura au-

25. mentada, por ejemplo entre 80 y 120°. En el procedimiento mencionado en último lugar el género a obtener es tratado a cualquier proporción de baño con una solución acuosa diluída que contiene un 0,1 - 10% preferentemente un 0,5 - 5%, calculado sobre el peso del género a tratar de uno de los productos reac-

30.



cioneles propuestos y que ha sido ajustada con bicarbonato a un pH de más o menos 6,5 - 7, comenzando a alrededor de 40°.

La temperatura del baño es aumentada durante el tratamiento a unos 90 - 95°, a cuyo efecto el medio de hidrofobación se

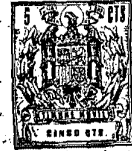
5. desarrolla en el material fibroso. El género hidrofobado puede ser enjuagado con agua fría. Centrifugación y secado se efectúan de modo usual. Los baños utilizados para la hidrofobación pueden contener, además de los productos reaccionales indicados agentes de apresto conocidos, como almidón, derivados de celulosa, etc, y medios de hidrofobación, como por ejemplo productos que contienen parafina de naturaleza más diversa.

E J E M P L O 1.

15. Un tejido de popelina de algodón es sumergido en un baño que contiene por litro 20 g del producto de transposición, más detenidamente descrito más adelante, y 2 g de bicarbonato sódico, siendo exprimido a 60 - 70% de absorción de baño y secado a unos 100°.

20. La prueba de presión hidráulica según Schopper de pare el material así tratado una columna de agua de 380 mm. El mismo tejido resiste después de diez lavados de ebullición de 1/2 hora de duración con 2 g/l de jabón y 2 g/l de sosa a una columna de agua de 325 mm.

25. El producto de transposición utilizado es preparado de la manera siguiente: En un recipiente agitador calentable provisto de refrigerante de reflujo y termómetro, son fundidas 400 partes en peso de una poliamina que ha sido obtenida por transposición de aproximadamente 1 mol del éster metílico del ácido graso de aceite de semillas de algodónero hidrogenado y 30. 1 mol de dipropilentiámina. A unos 85°C es adicionada a gotas



una mezcla de 120 partes en peso de epíclorhidrina y 100 partes en peso de etanol desnaturalizado durante 25 minutos, bajo enfriamiento de vez en cuando. Después de terminada la edición de epíclorhidrina se sigue agitando todavía durante 50 minutos a 80 - 90°, completando seguidamente con agua caliente a 1200 partes en peso.

E J E M P L O 2.

Un tejido de algodón es tratado a una proporción de baño de 1:50 con una solución que -calculado sobre el peso del género secado al aire- contiene 2% del producto de transposición indicado en el ejemplo 1, y 0,4% de bicarbonato sódico, empezando a 40° bajo aumento de temperatura a 95°. A esta temperatura se continúa el tratamiento aún durante 20 minutos. Entonces el tejido es enjuagado en agua fría, centrifugado y secado.

El material tratado presenta un efecto de hidrofóbación muy bueno. En la prueba de artesa, incluso al cabo de estar en reposo durante 24 horas, no se produce ninguna humectación de la superficie del tejido.

E J E M P L O 3.

Un tejido de popelina es tratado a modo de fulardeo con una solución que contiene, además de 2 g/l de bicarbonato sódico 35 g/l de un producto de transposición más detalladamente descrito más adelante, exprimido a un aproximadamente 70% de absorción de baño, y secado a una temperatura de alrededor de 100°C.

La prueba de presión hidráulica según Schopper da para el tejido así tratado una columna de agua de 372 mm. Después de lavado diez veces en ebullición durante 1/2 hora con jabón y sosa, el mismo tejido resiste a una columna de agua



de 320 mm.

- El producto de transposición utilizado es preparado del modo siguiente. En un recipiente agitador calentable, provisto de termómetro y refrigerante de reflujo, son fundidas
5. 130 partes en peso de un alcohol graso saturado técnico con un peso molecular medio de aproximadamente 260 que ha sido obtenido mediante hidrogenación de ácido graso de sebo. Entonces se incorpora sucesivamente a 70°C, 1 parte en peso de tetracloruro de estaño y 46,5 partes en peso de epiclorhidrina,
10. de modo que la temperatura es mantenida a aproximadamente 70°. Entonces se agita posteriormente durante 30 minutos a 70°. Luego se añade al éter clorhidrínico técnico obtenido 33 partes en peso de dipropilentríamina y 44 partes en peso de lejía de sosa al 50% y se sigue agitando bajo aumento de la temperatura a unos 120° durante 45 minutos. La poliamina obtenida es liberada mediante lavado, repetido dos veces, con cada vez 250 partes en peso de agua caliente de la sal común formada y álcali restante. Las lejías de lavado son separadas.
15. Entonces la poliamina obtenida es transpuesta después de la edición de unas 100 partes de etanol técnico desnaturalizado, con 37,5 partes de epiclorhidrina a unos 80°, hasta que al cabo de unos 80 minutos el pH de una prueba disuelta en agua haya bajado a aproximadamente 5. Entonces es completado con agua caliente a más o menos 1000 partes en peso y agitado en frío.
- 20.

25. E J E M P L O 4.

- Un tejido de rayón cortado es tratado en el fular en un baño que por litro contiene 30 g de producto de transposición descrito más detalladamente más adelante, y 2 g de bicarbonato sódico. Se exprime a un aproximadamente 90% de absorción
30. de baño y se seca a unos 120°C. El tejido de rayón cortado

205238



tratado presenta un buen efecto hidrorrepelente que queda conservado incluso después de 10 lavados en ebullición con jabón y sosa. El producto de transposición utilizado es preparado de la manera siguiente:

5. En un recipiente agitador calentable provisto de refrigerante de reflujo y termómetro son amasadas 130,5 partes en peso de cloruro de hexadecilo técnico con 66 partes en peso de dipropilentríamina, 51 partes en peso de solución al 50% de hidróxido sódico y 60 partes en peso de alcohol desnaturado al 96%. La mezcla es hervida al reflujo durante 15 horas. Seguidamente la sal común segregada es separada por filtración. El filtrado obtenido es transpuesto a unos 80°C con 93 partes en peso de epíclorhidrina durante 60 minutos y completado con agua caliente a 1000 partes en peso.

15. EJEMPLO 5.

Un tejido de popelina de algodón es tratado del mismo modo como se describe en el ejemplo 1 con un producto de transposición descrito más detalladamente más adelante. El tejido así tratado presenta en la prueba de presión hidráulica según Schopper una columna de agua de 350 mm. Después de 10 lavados en ebullición de 1/2 hora de duración con 2 g/l de jabón y 2 g/l de sosa resiste a una columna de agua de 310 mm.

El producto de transposición utilizado es preparado del modo siguiente:

25. 300 partes en peso de N-hexadecil-propilen-diamina son mezcladas en un recipiente agitador calentable provisto de refrigerante de reflujo y termómetro con 100 partes en peso de etanol desnaturado al 96%. En la mezcla son adicionadas a 70°C bajo agitación 140 partes en peso de epíclorhidrina.
30. una vez terminada la adición es hervido durante ulteriores 60



205238

minutos bajo agitación y reflujo. Entonces el producto reaccional es ajustado con agua caliente a 1100 partes en peso.

EJEMPLO 6.

5. Un tejido mixto a base de 55 partes de fibra de poliéster y 45 partes de lana es tratado en un fular con una solución acuosa que contiene 50 g de un producto de transposición, más detalladamente descrito más adelante, y 5 g de bicarbonato sódico, exprimido a un aproximadamente 70% de absorción de baño y secado a 100°. El tejido así tratado presenta un excelente efecto hidrorrepelente.

10. El producto de transposición utilizado es preparado del modo siguiente:

15. En un recipiente agitador calentable, provisto de refrigerante de reflujo y termómetro, son amasadas 270 partes de N-dodecil-p-ciclohexilendiamina con 80 partes en peso de etanol al 96%. Entonces son adicionadas a 75°C durante 20 minutos 140 partes en peso de epiclorhidrina. Después de terminada la adición se sigue hirviendo la mezcla reaccional durante una hora bajo enfriamiento de reflujo. Finalmente se completa con agua caliente a 1000 partes en peso.

20. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.



NOTA 265238

Descrito el objeto de la invención se declara nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad alemana nº B 56852 IV/8 k del 27 de Febrero de 1960:

5. 1. Procedimiento para la hidrofobación de material fibroso, caracterizado porque se impregna de modo usual el material a hidrofobar con productos de transposición hidrosolubles, o dispersables en agua, a base de poliaminas que contienen radicales lipófilos con por lo menos 12 átomos de carbono que en la molécula contienen más que dos átomos de hidrógeno reaccionables enlazados a nitrógeno y con epiclorhidrina, y porque se seca a temperatura aumentada.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento es llevado a cabo a temperatura normal, y poco aumentada, en el fular o en una máquina de impregnación, preferentemente en presencia de bicarbonato sódico.
15. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tratamiento es llevado a cabo en un baño cabal a cualquier proporción de baño, preferentemente, en presencia de bicarbonato sódico, a temperatura aumentada.
20. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utiliza para la realización del procedimiento según la invención productos de transposición a base de epiclorhidrina y sales derivados de poliamina que son
25. obtenidos mediante transposición de ácidos grasos de peso

265238



molecular más alto, o bien sus derivados funcionales, con poliaminas.

5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se utiliza para la realización del procedimiento según la invención productos de transposición a base de epiclorhidrina y tales derivados de poliamina que son obtenidos mediante transposición de éteres alquilclorhidrónicos de peso molecular más elevado y/o éteres alkilglicídicos con poliaminas.

10. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se utiliza juntamente además de los productos de transposición que sirven para la realización del procedimiento según la invención, agentes de apresto conocidos y/o medios de hidrofobación de cualquier naturaleza en el mismo baño.

15. 7. Procedimiento para la hidrofobación de material fibroso.

20. Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de diez hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 25 de Febrero de 1961

BOHME FETTCHEMIE GMBH

p. e.

JAME ISERN MIRALLES
P.P.

tr:jpt
rm.