

9 1962



310316

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1, Rotterdam, Holanda.

ENUNCIADO: "METODO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION
ANTIESTATICA".

Prioridad: Patente británica n.º 10.383/64 del 11-3-64

3 1 0 3 1 6



1 Esta invención se relaciona con el tratamiento de telas,
por ejemplo textiles y plásticos sintéticos tales como politeno y po-
listireno, especialmente telas sintéticas tejidas, para mejorar las
propiedades antiestáticas de la tela, y con composiciones que pueden
5 emplearse para ello.

Las composiciones antiestáticas son aquéllas que, cuando
se aplican a una tela, reducen la resistencia superficial o mejoran
la conductancia de aquélla. Se han empleado como agente activo en -
composiciones antiestáticas haluros amónicos cuaternarios que tienen
10 como sustitutivos un radical de cadena larga y tres radicales meti-
los, por ejemplo cloruro estearilo trimetilo amónico. Aunque éstos -
pueden ser eficaces agentes antiestáticos para telas sintéticas a hu-
medades relativamente elevadas, por ejemplo del 35 al 40% de humedad
relativa, no son satisfactorios a bajas humedades, por ejemplo del
15 20% de humedad relativa. Tienen la desventaja de que al disminuir la
humedad relativa, la resistencia de la tela tratada, después de aumen-
tar firmemente hasta una humedad del 30% aproximadamente, aumenta -
luego rápidamente tras una pequeña reducción en la humedad relativa.
La presente invención proporciona composiciones antiestáticas que -
20 comprenden otros haluros amónicos cuaternarios, que sorprendentemen-
te han resultado efectuar un acabado antiestático en las fibras sin-
téticas, particularmente en nylon y terylene, que es satisfactorio -
en la gama de humedad relativa del 20 al 50%. El acabado conseguido
mediante las composiciones de esta invención no está sujeto al rápi-
do incremento de resistencia a humedades relativas inferiores al 30%.
25

En consecuencia, la presente invención proporciona una -
composición antiestática que comprende un compuesto de fórmula $R.R'_3X$
en la que R es un radical alquilo de 14 a 22 átomos de carbono, R' es
un radical alquilo de 3 a 6 átomos de carbono, siendo los tres susti-
30 tutivos iguales o diferentes, y X es un anión.

310316

- 9 MAR



1 Uno o más de los compuestos pueden formar parte de un -
producto de enjuagado a usar después de cada lavada, preferiblemente
en el agua de enjuagado final, puesto que los compuestos no pasarán
a la tela en presencia de detergente. El producto de enjuagado puede
5 poseer también ingredientes reblandecedores y blanqueadores. Los an-
teriores compuestos son, en términos generales, compatibles con los
habituales agentes reblandecedores que son de carácter catiónico o -
no iónico y con los fluorescedores habituales, por ejemplo las pira-
zolininas. El acabado antiestático conseguido mediante los compuestos
10 o composiciones de la invención es sustancialmente insensible al -
agua y permanece como eficaz acabado antiestático después de varios
enjuagados con agua de la tela tratada.

15 La composición puede constituirse con cualquier diluyente
inerte soluble en agua, en forma de polvo a cualquier nivel de com-
puesto activo, es decir a cualquier nivel de compuesto antiestático,
por ejemplo como compuesto al 5% en diluyente de sulfato sódico o -
urea. Puede expendirse como dispersión en agua u otro diluyente.

20 Convenientemente, la composición puede usarse en medio -
acuoso, estando por ejemplo el compuesto en solución acuosa muy di-
luida, con una concentración tan baja como de 0,000025 a 0,0003M. Es
ta es una solución sorprendentemente diluida mediante la cual puede
conseguirse un efectivo acabado antiestático. Se supone que la inmer-
sión de la tela en soluciones acuosas muy diluidas de agente da lu-
gar a la adsorción superficial de una capa simple de los compuestos
25 cuaternarios, que permanecen sobre la tela después de su retirada de
la solución.

30 R es preferiblemente una cadena alquílica recta que tie-
ne 16 átomos de carbono, R' es preferiblemente n-butilo, X puede ser
haluro, sulfato o nitrato y preferiblemente cloruro o bromuro, sien-
do el primero ligeramente más eficaz. Los compuestos preferidos re-



310316

1 sultan, sorprendentemente, proporcionar un acabado en la tela de tal
manera que ésta no muestra prácticamente ninguna tendencia a un rápi-
do aumento de resistencia con una humedad decreciente, incluso con -
baja humedad.

5 Seguidamente se describirá con carácter adicional la in-
vención a modo de ejemplos que ilustran la preparación y uso de cua-
tro de los compuestos antiestáticos de la composición de la inven- -
ción y que muestran el superior efecto antiestático de estos compues-
tos sobre los correspondientes compuestos trimetílicos conocidos. El
10 ensayo para determinar el efecto antiestático fué como sigue. Se cor-
tó una tela de nylon 66 de tejido transversal o cruzado a lo largo -
del tejido en cuadrados de 10 cm. Cada uno de ellos pesaba aproxima-
damente 0,80 y tenía un área superficial mínima calculada en 1400 cm².
Estos cuadrados fueron limpiados por ebullición durante 5 minutos en
15 una solución acuosa de dodecil-benceno-sulfonato sódico al 0,2% y ul-
terior extracción durante 24 horas con agua en un extractor Soxhlet.
Se dejaron secar y luego se almacenaron para su uso. En el ensayo, -
las piezas de nylon fueron tratadas con la sal amónica cuaternaria -
agitando cada una de las piezas en 100 ml de la solución requerida en
20 agua destilada a 40°C durante 200 minutos. Se retiró la tela de la so-
lución, se dejó escurrir y secar a temperatura ambiente durante varios
minutos y luego se fijó en electrodos paralelos espaciados en 5 cm y
se encerró en una cámara húmeda regulada por termostato a 28°C. Se co-
nectó a través de los electrodos un megóhmetro capaz de medir resis-
25 tencias de hasta 20×10^{12} ohmios, permitiendo así medir la resisten-
cia de un rectángulo de tela de 5 cm de longitud por 10 cm de anchura.

La humedad de la cámara, que se controló mediante solucio-
nes acuosas de ácido sulfúrico, se redujo al 20% inmediatamente des-
pués de la introducción de la tela. Luego se dejó aumentar la humedad
30 mediante adecuados incrementos y se determinó la resistencia eléctrica

310316

9 MAR 1951



1 de la muestra a cada valor de humedad relativa después de dejar unos 45 minutos para el equilibrado. En la mayoría de los casos, la serie de experimentos realizados a humedades comprendidas entre el 20 y el 50% se completó en 5 horas aproximadamente.

5 Ejemplo 1. Bromuro n-exadecilo tri-n-butilo amónico.

Este compuesto se realizó calentando bromuro n-exadecílico con un ligero exceso de tri-n-butilamina a 100°C durante 24 horas. El producto cuaternario fué aislado mediante varias recristalizaciones a partir de acetato etílico a -5°C, seguido de una a partir de gasolina 40-60. Los resultados son los siguientes, expresándose la resistencia en ohmios/cuadrado x 10¹².

Concentración de la solución.

	<u>0,0003 M.</u>		<u>0,00025 M</u>		<u>0,00006 M</u>		<u>0,00003 M</u>	
	<u>% H.R.</u>	<u>Resistencia</u>	<u>% H.R.</u>	<u>Resistencia</u>	<u>% H.R.</u>	<u>Resistencia</u>	<u>% H.R.</u>	<u>Resist.</u>
15	21	1,5	20	1,5	24	4,7	24	11,0
	27	1,0	30	0,5	30	4,0	35	6,0
	32	0,9	40	0,2	37	3,0		
					42	1,2		

20 El correspondiente compuesto trimetílico a una concentración de 0,00025 M dió las siguientes resistencias:

<u>% H.R.</u>	20	30	32	36	38	42
<u>Resistencia</u>	> 40	25	10	2	1	0,2

Ejemplo 2. Cloruro n-octadecilo tri-n-butilo amónico.

25 Este compuesto se preparó a partir de bromuro-n-octadecílico formando el hidróxido amónico cuaternario con óxido de plata en metanol y agua (20% de agua), seguido de neutralización con ácido clorhídrico.

Los resultados del ensayo antiestático fueron los siguientes:

30 Concentración de la solución

310316

9 MAR



	<u>0,00027 M</u>		<u>0,00025 M</u>		<u>0,00005 M</u>		<u>0,000025 M</u>	
	<u>% H.R.</u>	<u>Resist.</u>	<u>% H.R.</u>	<u>Resist.</u>	<u>% H.R.</u>	<u>Resist.</u>	<u>% H.R.</u>	<u>Resist.</u>
1	21	1,5	20	2,0	24	4,7	24	11
	27	1,0	30	1,5	30	4,0	35	6,2
5	32	0,9	40	0,8	37	3,0		
			50	0,2	42	1,2		

El correspondiente compuesto trimetílico dió los siguientes resultados:

	<u>Concentración de la solución. 0,00025 M</u>							
10	<u>% H.R.</u>	20	26	28	32	34	38	40
	<u>Resistencia</u>	>40	30	10	2	1,5	0,7	0,5

Ejemplo 3. Bromuro n-octadecilo tri-n-butilo amónico.

Este compuesto se preparó como se indica en el Ejemplo 1 y se usó a una concentración de 0,00025 M en el ensayo antiestático.

15	<u>% H.R.</u>	20	30	40
	<u>Resistencia</u>	7,0	3,5	2,0

El ensayo sobre el correspondiente compuesto trimetilo dió los siguientes resultados a la misma concentración:

20	<u>% H.R.</u>	20	34	38	42	44
	<u>Resistencia</u>	>40	35	10	3	2

Ejemplo 4. Cloruro n-exadecilo tri-n-butilo amónico.

Este compuesto se preparó como se describe en el Ejemplo 2, a una concentración en la solución de 0,00025 M.

25	<u>% H.R.</u>	20	40	50
	<u>Resistencia</u>	1,0	0,3	0,1

Ensayos comparativos sobre el correspondiente compuesto trimetilo en solución a la misma concentración dieron los siguientes resultados:

30	<u>% H.R.</u>	20	24	28	30	34	38
	<u>Resistencia</u>	>40	17	1,0	0,7	0,4	0,2

3⁷10316

- 9 MAR



1 El siguiente ejemplo describe la resistencia del acabado antiestático.

Ejemplo 5.

5 La aplicación de una solución acuosa de cloruro n-octadecilo tri-n-butilo amónico a una concentración de 0,00025 M tiene por resultado un acabado antiestático que es sustancialmente insensible al agua. Una solución del correspondiente compuesto trimetílico a la misma concentración e igual condición de humedad relativa, es mucho más sensible al agua. Este efecto se muestra en la siguiente

10 tabla. Las piezas de tela tratada se enjuagaron durante dos minutos en la solución antiestática, y luego en agua durante periodos de 2 minutos.

<u>Número de enjuagados en agua</u>	<u>Resistencia compuesto tributílico</u>	<u>Resistencia compuesto trimetílico</u>
0	0,42	0,5
15 1	0,48	6,0
2	0,5	12,0
3	0,48	8,0

20 Los siguientes ejemplos detallan composiciones antiestáticas.

Ejemplo 6.

Se calientan conjuntamente cloruro exadecilo tri-n-butilo amónico (10 partes) y agua (100 partes) con agitación a 100°C y se dejan luego enfriar. Esto da una dispersión que puede diluirse convenientemente con agua y usarse en un procedimiento de enjuagado para

25 aplicar acabados antiestáticos o telas o plásticos.

Ejemplo 7.

Se funden conjuntamente cloruro octadecilo tri-n-butilo amónico (5 partes) y cloruro alquilo dimetilo amónico de sebo bis-hidrogenado (5 partes) con un agente abrillantador óptico. Luego se añe

30



1 de agua caliente (100 partes) con agitación para dar una dispersión -
que se deja enfriar. Esta dispersión puede diluirse con agua y usarse
en un procedimiento de enjuagado para aplicar acabados abrillantado--
res antiestáticos, reblandecedores y fluorescentes a las telas.

5 Ejemplo 8.

Se agitan conjuntamente cloruro octadecilo tri-n-butilo
amónico (10 partes), urea (100 partes) y agua (100 partes) a 100°C y
se evaporan luego para dar un producto sólido. Este puede disolverse
en agua y usarse en un tratamiento de enjuagado para aplicar acabados
10 antiestáticos a telas o plásticos.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita, re-
caerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

1. Método de preparación de una composición antiestática,
15 caracterizado porque se mezcla con un diluyente inerte un compuesto de
fórmula $R.R'_3NX$ en la que R es un radical alquilo de 3 a 6 átomos de
carbono, siendo los tres sustitutivos iguales o diferentes, y X es un
anión.

2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque
20 el compuesto es cloruro o bromuro tri-n-butilo amónico exadecilo u oc-
tadecilo.

3. Método según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado
porque el diluyente es agua o urea.

4. Método para hacer antiestática una superficie, caracte-
25 rizado porque se aplica a la superficie una solución acuosa de la com-
posición antiestática preparada por el método de cualquiera de las rei-
vindicaciones anteriores.

5. Método según la reivindicación 4, caracterizado porque
la composición incluye al compuesto en una proporción del 0,01% por lo
30 menos, del peso de la solución acuosa.



1

6. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "METODO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION ANTIESTATICA".

5

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de nueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 9 de Marzo 1.965

ALFONSO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30