



315326

PATENTE DE INVENCION

por 20 años por

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS PARA LA HIDROFUGACION DE TEXTILES", a favor de la firma de nacionalidad alemana CHEMISCHE FABRIK PFERSEE G.M.B.H., domiciliada en AUGSBURG (Alemania), Fäberstrasse 4.

MEMORIA DESCRIPTIVA

Es ya conocido el metodo de tratar materiales fibrosos con sales amónicas cuaternarias, que contengan como mínimo un resto alifático más elevado y que se descomponen al calentarlas con objeto de conseguir efectos hidrófugos. Sin embargo, las hidrofugaciones que se pueden obtener de esta forma satisfacen tan poco las exigencias actuales, que ya no pueden utilizarse como medio técnico de hidrofugación.

5.-

La adición de sales metálicas o condensados previos de resina sintética, tambien propuesta, no conducen practicamente a ninguna mejora.

10.-



Tambien se propuso añadir emulsiones de parafina

a los baños de tratamiento conteniendo tales sales cuaternarias. Pero a tal fin es preciso producir dichas emulsiones por separado.

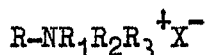
- 15.- Además, se ha descrito la producción de pastas autoemulsionantes a base de sales amónicas cuaternarias y con una cantidad media por peso de parafina, hasta llegar, como máximo, a igual cantidad de peso, añadiendo disolventes orgánicos, para la formación de tales pastas para la hidrofugación de materiales fibrosos. Estas emulsiones presentan a menudo poca estabilidad, tanto en estado condensado como diluido, y por consiguiente, los efectos de hidrofugación obtenidos, así como la estabilidad de su color al lavarlos, no satisfacen ya las exigencias actuales. Un aumento en la
- 20.- concentración de la sal amónica cuaternaria, no conduce a mejora alguna que se corresponda con el incremento del material empleado.
- 25.- Ahora hemos averiguado que las emulsiones que contengan, por una parte, una sal descomponible al calor con una base de nitrógeno cuaternaria, que tenga como mínimo un
- 30.- resto alifático con 12 o aún mejor 16 átomos de carbono, y de 3 a 15 partes de parafina, y en especial de 5 á 10 partes, son mucho más estables en sus formas concentrada o diluida, que las emulsiones con una cantidad de parafina más reducida, resultado este que sorprende, obteniéndose efectos hidrófugos que conducen a una mejor estabilidad del color de los
- 35.- textiles al lavarlos, que aquellos que pueden conseguirse con las emulsiones conocidas (con un contenido de parafina más reducido).
- 40.- En realidad se había esperado que las emulsiones con una menor proporción del emulgador en relación con la substancia dispersa, tuvieran menos estabilidad, y que un aumento en el porcentaje de parafina, la cual por si sola no presenta estabilidad alguna del color en el lavado, empeoraría



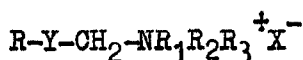
45.- enormemente la estabilidad al lavado de los efectos hidrofugantes que pudieran obtenerse.

Es conveniente producir en forma concentrada y de modo convencional las emulsiones objeto del presente invento, diluyéndolas con agua para su aplicación.

50.- Como sales de bases nitrogenadas cuaternarias se utilizan los conocidos compuestos de la formula siguiente:



ó

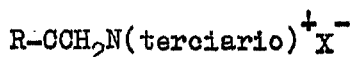


55.- En estas formulas R representa a un resto alifático, si fuese necesario ramificado o sin saturar conteniendo, por lo menos, 12 átomos de carbono, y en particular 16, mientras que R₁, R₂, y R₃ son restos alifáticos, ciclo alifáticos o aromáticos, tales como metil, etil, propil, ciclohexil o

60.- bencil. Sin embargo, NR₁R₂R₃, también pueden representar a un resto heterocíclico, tal como la piridina o sustancias homólogas, la oxietilmorfolina, N-metilpiperidina o quinolina. X⁻ es el anión empleado para la formación de la sal, especialmente un anión de un ácido fuerte inorgánico, preferiblemente volátil. Finalmente Y es un heteroátomo, especialmente

65.- oxígeno o una agrupación de átomos que contenga por lo menos un heteroátomo. Sin embargo, los grupos carbonamidos, son menos apropiados, porque las sales de tales bases de nitrógeno cuaternarias, por regla general, tienen una poca capacidad de emulsionamiento, aún utilizadas para pequeñas cantidades de parafina, mostrando sus soluciones acuosas, frecuentemente, al reposar al calor, descomposiciones de las sales cuaternarias.

70.- Se utilizan preferiblemente y con gran éxito, según el presente invento, los compuestos con la formula siguiente:



los cuales se derivan de aminos heterocíclicos terciarios,



especialmente de la piridina.

80.- La producción de las sales de las bases de nitrógeno cuaternarias se realiza conforme a los procedimientos ya conocidos.

85.- De las parafinas, se emplearán aquellas que tengan un punto de fusión superior a los 45°, y en especial de los 50 a los 70°. Dicho punto de fusión no debe exceder de los 90°, para evitar dificultades en la producción de la emulsión.

90.- Las emulsiones concentradas según el presente invento, se producen en la forma acostumbrada mediante el emulsionamiento mecánico, pudiendo emplear también disolventes de la parafina, tales como los hidrocarburos aromáticos o los hidrocarburos alifáticos halogenados. Estas emulsiones son muy estables, especialmente durante su almacenaje, a pesar de que predomina en ellas la parafina en cooperación con la sal de efecto emulsionante de la base de nitrógeno cuaternaria.

95.- Esta estabilidad aparece también al diluir las emulsiones, porque los baños de tratamiento producen revestimientos mucho menores en los rodillos del foulard, utilizados en los trabajos continuos, que las emulsiones hasta ahora conocidas conteniendo menos parafina.

100.-

Después del secado los textiles tratados en la forma conocida, se someterán a un calentamiento hasta los 120 a los 160° aproximadamente, con objeto de perfeccionar la descomposición de la sal de la base cuaternaria, así como la fijación de los restantes compuestos.

105.-

La estabilidad de la hidrofugación el lavar y hervir los textiles tratados con las emulsiones del presente invento, puede mejorarse aún más, en muchos casos, utilizando al mismo tiempo sales de metales trivalentes o polivalentes, con ácidos orgánicos o inorgánicos, especialmente las sales de circonio con ácidos carbónicos orgánicos bajos.

110.-

Estas emulsiones, objeto del presente invento, pue-



115.- den combinarse con otros medios convencionales para el apresto de textiles. Así pues, pueden añadirseles en los baños de apresto, por ejemplo, productos para lograr la inarrugabilidad, para impedir su hinchado o resbalamiento, de refuerzo, plastificantes, etc.

EJEMPLO 1

120.- En 130 gramos de agua, se disolverán a la temperatura de 60°, 30 gramos de octadecil-oximetil-piridincloruro. A esto se le añade en un agitador rápido y a chorro fino, 195 gramos de parafina con un punto de fusión entre los 58 y los 60 grados. Después de diluir la emulsión previa con 295 gramos de agua, que contenga 6 c.c. de ácido acético al 60 %, se realiza el emulsionamiento final en una máquina homogeneizadora de alta presión a una temperatura entre los 60 y los 70°, y a una presión entre las 200 y 300 atmósferas. Esta emulsión contendrá 4,6 % de la sal piridínica cuaternaria y 28,5 % de parafina.

130.- Se diluye en agua hasta llegar a un litro, 200 gramos de la emulsión. Se empapa con este baño un terciopelo de algodón exprimiéndole hasta un 70 % del baño absorbido, secándolo durante 30 minutos a 120° y condensándose luego durante 5 minutos a 150°.

135.- La absorción de agua (medida en el aparato de Bundesmann, durante 10 minutos de riego) de este tejido, que tiene sin tratamiento previo una absorción de un 87 %, y que después de cinco lavados con jabón y sosa, -conforme a la VTL 8305 - 125 -, llega a un 90 %, se reduce hasta el 8,6 % aprestándolo con la emulsión del presente invento. Y después de cinco lavados sube dicha absorción de agua al 34,8 %.

145.- Ni el tratamiento con la sal cuaternaria por si sola, ni de la misma forma con parafina, ni aún con una emulsión de partes iguales de parafina y de sal cuaternaria, produce efectos hidrofugantes tan óptimos y con una tan



gran estabilidad al lavado, en el caso de utilizarse al mismo apresto y el mismo terciopelo de algodón.

150.- a).-Un baño con 9,2 gramos de octadecil-oximetilpiridincloruro por cada litro de agua, siendo exprimido hasta un 70 % del baño absorbido:

155.- b).-Una solución de 65 gramos de parafina en 1 litro = 1.630 gramos de tetracloretileno y 100 % del baño absorbido, de tal forma que se encuentra en el tejido la misma cantidad de parafina que en los aprestos anteriores.

160.- c).-Un baño que contenga por cada litro de agua 100 gramos de una pasta conforme el ejemplo 1 de la memoria de la patente británica 612.915 (30 % de estearamidometilpiridincloruro y 30 % de parafina), con un 70 % del baño absorbido.

165.- d).-Un baño acuoso de 100 gramos de una pasta según se cita en c), la cual sin embargo, contiene en lugar del estearamidometilpiridincloruro, la misma cantidad de octadecil-oximetilpiridincloruro, y un 70 % del baño absorbido.

Sus valores se han recopilado en la table siguiente:

T a b l a I

	<u>Apresto</u>	<u>Absorción de agua</u>	
		Inmediata	Después de 5 lavados.
170.-	Según el presente invento	8,6 %	34,8 %
	a) Solo compuesto de piridinio	42 %	50 %
	b) Solo con parafina	30 %	55 %
175.-	c) Patente británica número 612.915.-Ejemplo 1	45 %	63 %
	d) Patente británica número 612.915.-Ejemplo 1 y compuesto octadecílico	42 %	61 %
	Sin tratamiento	87 %	90 %

180.- EJEMPLO 2

Se producen emulsiones empleando el octadecil-oxi-



185.- metil-oxietilmorfolineo-cloruro y cantidades ascendentes de parafina, a saber según el ejemplo 1, ascendiendo en todos los casos a un 35 % el contenido total de sustancias solidas (sal de nitrógeno cuaternaria más la parafina).

Con estas emulsiones se aprestó un raso de algodón, con baños conteniendo 200 gramos de la emulsión, 10 gramos de circonoxiclорuro cristalizado y 8 gramos de acetato sódico. El secado y la condensación de los tejidos se hizo conforme a las indicaciones del ejemplo 1.

El ensayo de rociado antes y despues de cinco lavados dió los siguientes resultados:

T a b l a II

195.-	Relación entre la parafina y el compuesto amónico cuaternario	Absorción de agua	
		Inmediata	Después de 5 lavados
	1 : 1	47 %	60 %
	1 : 3	9,2 %	29 %
	1 : 6,5	7,6 %	33 %
	1 : 10	8,7 %	31 %

200.- EJEMPLO 3

Se disuelven 60 gramos de hexadeciloximetilpiridincloruro en 100 mls. de agua, a una temperatura de 65°. En un agitador rápido se añaden 180 gramos de parafina fundida (punto de fusión entre 58 y 60°), y luego 220 mls. de agua homogeneizándose esta emulsión previa.

Para facilitar el emulsionamiento, puede utilizarse también, y precisamente para la parafinas con un punto de fusión más elevado, un disolvente para iguales cantidades del 3 al 10 %, en relación al peso de la emulsión.

210.- También puede aumentarse la proporción entre la sal de base cuaternaria y la parafina, hasta alcanzarse aproximadamente la proporción de 1:15.

EJEMPLO 4

215.- Tal como se describe en el ejemplo 1, se obtiene una emulsión de 160 gramos de una solución acuosa al 19 %



de octadeciloximetildietilamonocloruro y 120 gramos de parafina (con punto de fusión entre los 50 y 52°), añadiéndose agua y ácido acético, removiéndolo y homogeneizando todo ello.

220.- Un tejido de algodón tratado con un baño conteniendo 400 gramos de dicha emulsión, 40 gramos de urea dimetilol-etilénica, 10 gramos de circonoxicloloruro cristalizado, y 8 gramos de acetato sódico, sometiendo a un secado y calentamiento posterior, presentará una absorción de agua de un 10 %, que solo se eleva al 19 %, después de cinco lavados.

225.- EJEMPLO 5

230.- En un baño que contenga por litro, 200 gramos de la emulsión indicada en el ejemplo 1, 40 gramos de una solución de condensación previa acuosa al 50 % (35 % de urea dimetilol-etilénica y 15 % de éter metílico de la hexametilmelamina), 10 gramos de circonoxicloloruro cristalizado, así como 8 gramos de acetato sódico cristalizado, se empapará un terciopelo de algodón, el cual se seca y se condensa durante 6 minutos a 150°. Al llevar a cabo el ensayo de rociado el tejido presenta una absorción de agua del 7,9 %, que tan solo se aumenta hasta el 23,2 %, después de cinco lavados.

235.- Descrito suficientemente el objeto de la patente de invención que nos ocupa, hemos de señalar que los ejemplos descritos lo son a título de ejemplo, sin que sus modificaciones de manera de proceder, temperatura, etc., desvirtuen la esencialidad de su objeto.

240.- N O T A

La patente de invención descrita recaerá, pues sobre las siguientes reivindicaciones:

245.- 1ª.-PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE PRODUCTOS PARA LA HIDROFUGACIÓN DE TEXTILES, caracterizado por cuanto a tal efecto se utilizará una emulsión acuosa de parafina con una sal de base de nitrógeno cuaternaria que se descompone al calor, que contenga un resto alifático como mínimo con 12 átomos de carbono, y caracterizado por el hecho de que



350.- la emulsión contiene por cada parte de la sal procedente de la base de nitrógeno cuaternaria de tres a quince partes de parafina, pero especialmente de cinco a diez.

2ª.-PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS PARA LA HIDROFUGACION DE TEXTILES, según la anterior reivindicación, caracterizado por el hecho de que la sal de base de nitrógeno cuaternaria tendrá la siguiente formula:



360.- En la que R es un alquilo conteniendo por lo menos 12 átomos de carbono y preferiblemente lo menos 16; R₁, R₂, y R₃ representan alquilos, cicloalquilos o arilos bajos; NR₁R₂R₃ son una base de nitrógeno heterocíclica terciaria; X⁻ al anión de un ácido fuerte inorgánico, preferiblemente volátil, y por fin Y a un heteroátomo o a una agrupación de átomos que contenga por lo menos un heretoátomo.

365.- 3ª.-PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS PARA LA HIDROFUGACION DE TEXTILES, según la primera reivindicación, caracterizado por el hecho de que la sal de base de nitrógeno cuaternaria podrá tener por formula



370.- Siendo R un alquilo con 12 átomos de carbono como mínimo, y preferiblemente con 16; N.R₁R₂R₃ una base de nitrógeno terciaria heterocíclica, en especial piridina, y X el anión de un fuerte ácido inorgánico, especialmente el ácido clorhídrico.

4ª.-PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS PARA LA HIDROFUGACION DE TEXTILES".

375.- Todo tal y conforma queda descrito y reivindicado.
Esta memoria consta de diez hojas mecanografiadas y foliadas por una sola de sus caras, conteniendo un total

- 10 - 315326



378.- de trescientas setenta y ocho lineas.

MADRID A 14 DE JULIO DE 1965.

P.A.

MANUEL DE ARPE.