



326804

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA SINTESIS DE NUEVOS PRODUCTOS DE
POLIMERIZACION", a favor de la firma suiza GIBA SOCIETE
ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

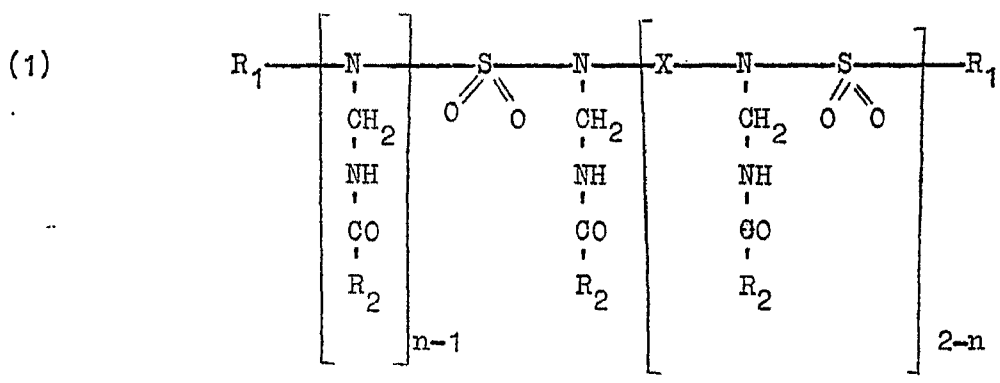
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para
la síntesis de nuevos productos de polimerización de carbo-
namidas provistas de grupos sulfonamídicos, derivadas de
ácidos carboxílicos alifáticos insaturados etilónicamente
5. en alfa,beta, de la fórmula general



326804



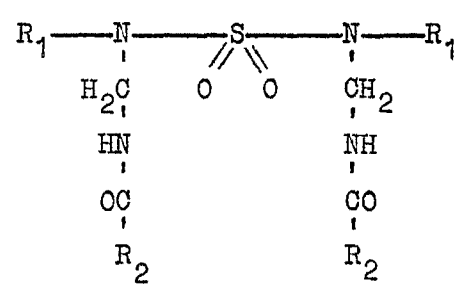
5.

on la que

- n es igual a 1 ó 2,
 - 10. R_1 significa un radical alquílico, arílico, alcalílico o aralquílico y puede significar también un átomo de hidrógeno cuando n es igual a 2,
 - R_2 significa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono y
 - 15. X representa un radical alquilénico o arilénico.
- Si n tiene el valor de 2, se trata de compuestos polimerizables de la fórmula

(2)

20.



25.



326804

on la que

R₁ significa un radical alquílico, arílico, alcarílico o aralquílico o un átomo de hidrógeno y

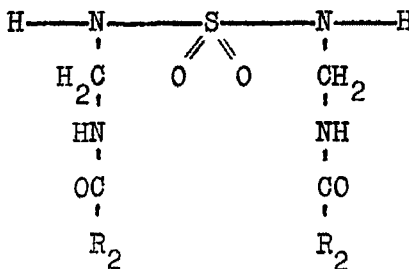
R₂ representa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono.

5.

Valiosos son aquí, por ejemplo, los compuestos polimerizables de la fórmula

(3)

10.



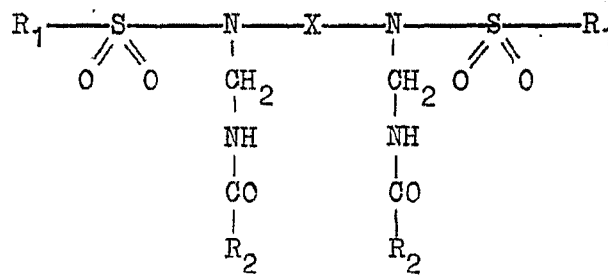
15. on la que

R₂ representa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono.

Si n tiene en la fórmula (1) el valor de 1, se trata de compuestos polimerizables de la fórmula



(4)



5.

en la que

R_1 significa un radical alquílico, arílico, alcarílico o aralquílico,

10.

R_2 representa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono y

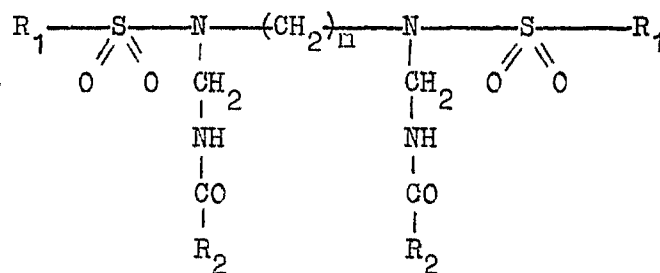
X representa un radical alquilénico o arilénico.

Se prefieren aquí, por ejemplo, los compuestos de

la fórmula

20.

(5)



20.

en la que



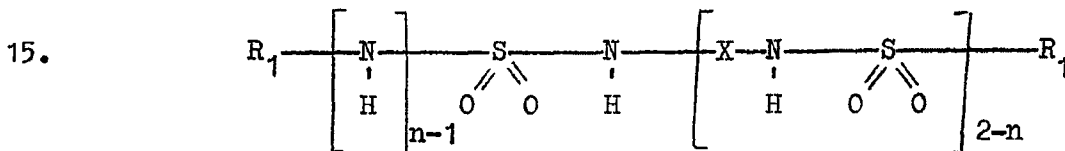
- 5 - 326804

- R_1 significa un radical alquílico o bencénico,
- R_2 significa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono y
- \underline{n} significa un número entero por valor de 1 a 8.

5. En todos los casos expresados en las fórmulas (1) a (5), los compuestos polimerizables en que R_2 representa un radical $H_2C=CH-$ han demostrado ser particularmente valiosos. Interesantes son también los compuestos cuyo radical R_2-CO- se deriva del ácido metacrílico, del ácido crotónico o del ácido vinilacético.

Los compuestos de la fórmula (1) se obtienen condensando una sulfonamida de la fórmula

(6)



en la que

20. \underline{n} es igual a 1 ó 2,
 R_1 significa un radical alquílico, arílico, alcalílico o aralquílico y puede significar también un átomo de hidrógeno si \underline{n} es igual a 2, y
 X representa un radical alquilénico o arilénico,
25. en la proporción molecular 1:2, con un compuesto insaturado

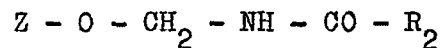
326804



- 6 -

etilénicamente, de la fórmula

(7)



5. en la que

Z significa un radical alquílico con 1 a 3 átomos de carbono, o un átomo de hidrógeno, y

R₂ significa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono,

10.

con disociación de H-O-Z.

Esta condensación se efectúa convenientemente en disolventes orgánicos como el benceno o la acetona, a temperaturas de 20 a 100° C, y preferentemente de 40 a 80° C.

15.

Los compuestos monómeros según las fórmulas (1) a (5) pueden polimerizarse en solución, emulsión o suspensión, y en presencia de catalizadores que desprendan radicales libres o actúen iónicamente, con otros compuestos polimerizables, para formar copolímeros reticulados. Como ejemplos de compuestos monómeros que pueden emplearse para la

20.

preparación de tales copolímeros, cabe citar:

- a) los ésteres vinílicos de ácidos orgánicos; por ejemplo, acetato de vinilo, formiato de vinilo, butirato de vinilo y benzoato de vinilo.

25.



- b) las vinilalquilcetonas, como la vinilmetilcetona,
- c) los haluros de vinilo, como el cloruro de vinilo, el fluoruro de vinilo y el cloruro de vinilideno,
- 5. d) los compuestos de vinilarilo, como el estireno y los estirenos sustituidos (por ejemplo, alfa-metilostireno),
- c) los derivados de la serie del ácido acrílico, como el nitrilo de ácido acrílico o la amida de ácido acrílico, o respectivamente la amida de ácido metacrílico; y preferentemente los derivados N-nono- o N,N-di-sustituídos, como la N,N-dihidroxiacrilamida, la N,N-di-
10. etilacrilamida, la N-tercibutilacrilamida y la N-ciclohexilacrilamida; asimismo
15. la N-metilolacrilamida o la N-metilolmetacrilamida, así como los correspondientes éteres alquílicos; son además aptas las amidas básicas como la dietilaminopropilacrilamida y sus productos de cuaternización; y
20.
- f) en particular los ésteres de la serie del ácido acrílico, como los ésteres de ácido acrílico, de ácido metacrílico, de ácido alfa-cloroacrílico, de ácido crotonico, de ácido maleico, de ácido fumarico o de ácido itacónico y mono- o di-alcoholes
25.

326804

- 8 -



- con 1 a 18 átomos de carbono o fenoles; por ejemplo, el acrilato de etilo, el acrilato de glicidilo, el acrilato de butilo, el éster monoglicólico de ácido acrílico o el acrilato de dodecilo;
5. y asimismo
- g) los ácidos monocarboxílicos o dicarboxílicos alifáticos insaturados libres, como el ácido acrílico, el ácido metacrílico, el ácido crotonico, el ácido itacónico, el ácido maleico o el ácido fumárico.
10. Pueden utilizarse además olefinas polimerizables como el isobutileno, el butadieno o el 2-clorobutadieno.
- De preferencia se emplean el cloruro de vinilo, el cloruro de vinilideno, el ácido acrílico, el ácido metacrílico, las sales del ácido acrílico, del ácido metacrílico, del ácido fumárico y del ácido itacónico (como el acrilato cálcico), así como los ésteres de estos ácidos (como el éster etílico de ácido acrílico, el éster butílico de ácido acrílico, el éster glicidílico de ácido acrílico, el éster monoglicólico de ácido acrílico, etc.) y asimismo la acrilamida, la metacrilamida, la N-etilolacrilamida, el éster metílico de N-etilolacrilamida, la N-tercibutilacrilamida, el acetato de vinilo, el acrilonitrilo, el estireno y el butadieno. Se obtienen multipolímeros sumamente valiosos por polimerización de:
- 15.
- 20.
- 25.

- 9 - 326804

16 M



- 1
- 1) compuestos de la fórmula (1) con
 - 2) acrilonitrilo, cloruro de vinilideno, acetato de vinilo, estireno o dietilaminopropilacrilamida y
- 5.
- con
 - 3) un éster de la serie del ácido acrílico.

Los polímeros están compuestos por lo general de 5 a 100 % de un compuesto de la fórmula general (1) y de 95 a 0 % de otro compuesto. Según las condiciones que se o-

10. ligan para la polimerización, los polímeros se obtienen en forma líquida, de gel, de emulsión o de granulado.

- Los polimerizados pueden emplearse por sí solos, en solución o en emulsión. Sirven para la preparación de cuerpos moldeados, de recubrimientos sobre materias no po-
15. rosas (como metal, vidrio o madera), de aglutinantes (principalmente para pigmentos) o, en particular, para la preparación de impregnaciones o estratificaciones sobre materias porosas, como géneros textiles, papel o, especialmente, cuero. Los polímeros pueden emplearse también junto con o-
20. tros polímeros o precondensados, como epóxidos, aminoplastos (por ejemplo, productos de la condensación de formaldehído con urea, cianamida, dicianidamida o, en particular, melamina). De conveniencia, para ponerlos en estado insoluble los polímeros se calientan a temperaturas de 100 a
25. 180°C.



- 10 **326804**

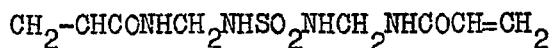
En las recetas de preparación y ejemplos que siguen, las partes significan parte en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso.

Receta de preparación A

5.

Se hacen reaccionar a 60° C, en 200 partes de acetona, 101 partes de N-metilolacrilamida (1 mol), 48 partes de sulfanida (H₂N-SO₂-NH₂, $\frac{1}{2}$ mol), 0,3 partes de fenotiacina y 0,5 partes de ácido p-toluensulfónico. El

10. producto de la reacción, de la fórmula



se obtiene separando la acetona.

15.

Se obtiene un polvo blanco, soluble en agua,

Punto de fusión: 153 a 155° C.

Análisis:	Calculado:	C	36,6	H	5,38	N	21,36
	hallado:	C	36,1	H	5,4	N	21,3

Receta de preparación B

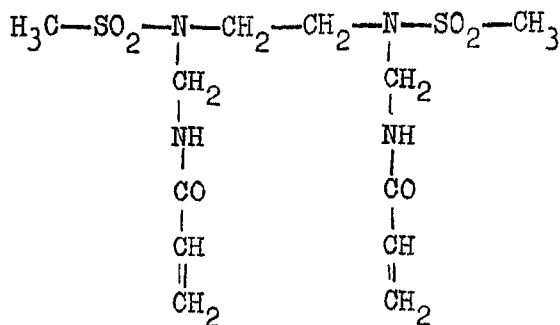
20.

Se hacen reaccionar a 50° C, en 250 partes de acetona, 37,4 partes de N-metilolacrilamida (0,37 moles), 40 partes de etilendibisnietansulfonamida (0,185 moles), 0,2 moles de fenotiacina y 0,5 partes de ácido p-toluensulfónico.

25. El producto de la reacción, de la fórmula



5.



10. se obtiene por separación de la acetona. Resulta una masa cristalina, que es recristalizada en acetonitrilo.

Punto de fusión: 158 a 160° C. Rendimiento: 82 %.

Análisis: calculado: C 37,68 H 5,8 N 14,65 S 16,77
hallado: C 37,7 H 6,0 N 14,3 S 16,6.

Receta de preparación C

15.

Se hacen reaccionar a la temperatura de ebullición, en 250 partes de benceno, 20,2 partes de N-metilol-acrilamida (0,2 moles), 42,5 partes de hexanileno-bis-p-toluensulfonamida (0,1 mol), 0,5 partes de fenotiacina y 0,5 partes de ácido p-toluensulfónico. El agua formada se separa azeotrópicamente. Eliminando el benceno, se obtiene una papilla de cristales constituida en esencia por el compuesto de la fórmula

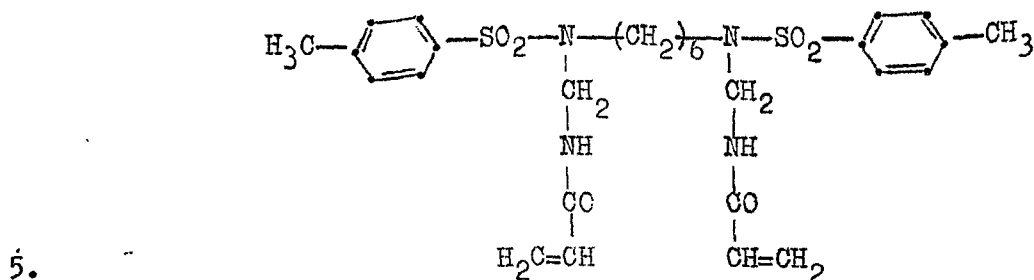
20.

326804

16



- 12 -



y que es recristalizada en acetato de etilo.

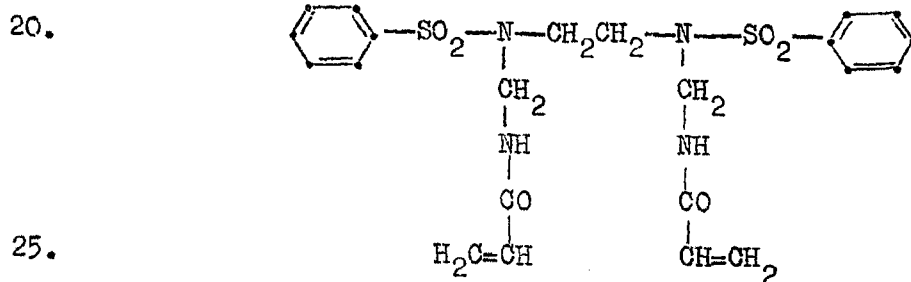
Punto de fusión: 152 a 153° C. Rendimiento: 81,5 %.

Análisis: calculado: C 56,93 H 6,48 N 9,48

10. hallado: C 56,64 H 6,52 N 9,24.

Receta de preparación D

Se hacen reaccionar a la temperatura de ebullición, en 200 partes de benceno, 57,8 partes de N-metilol-acrilamida (0,572 moles), 97 partes de etilendibencensulfonamida (0,286 moles), 0,5 partes de fenotiacina y 0,5 partes de ácido p-toluensulfónico. Se precipita el producto de reacción de la fórmula





que es separado por succión y recristalizado de etanol.

Análisis: calculado: C 52,16 H 5,17 N 11,06 S 12,66
hallado: C 52,4 H 5,4 N 11,5 S 12,3.

5. EJEMPLO 1.

- A base de 117 partes de acrilato de isobutilo, 22,5 partes de acrilonitrilo, 7,5 partes de producto de condensación de N-metilolacrilanida y sulfamida (según la Receta de preparación A), 3 partes de ácido acrílico, 8,75 partes de sulfonato sódico de petróleo ($C_{26}H_{42}SO_3Na$), 3 partes de heptadecanol, 0,6 partes de trietanolamina y 137,65 partes de agua se prepara, mediante buen sacudimiento, una emulsión preliminar. 75 partes de esta emulsión preliminar se diluyen con 76,3 partes de agua y se calienta la dilución a 55° C de temperatura interna en un matraz agitador que se ha barrido con nitrógeno. Después de añadir 0,3 partes de bisulfito sódico disueltas en 1,7 partes de agua, más 0,5 partes de una solución al 3,3 % de persulfato potásico, se produce un aumento de temperatura. Se instilan entonces los 225 g restantes de la emulsión preliminar, a los que se han agregado 5,5 partes de una solución al 3,3 % de persulfato potásico, en el curso de 55 minutos. Después de la instilación se añaden todavía por tres veces 5 partes de una solución al 3,3 % de persulfato potásico, al cabo de

326804



- 14 -

30 minutos cada vez, y a continuación se polimeriza durante 2 horas todavía. Se obtiene una emulsión pura, flúida, con un contenido de polímero del 38,8 % (en teoría, 40,6 %).

5. EJEMPLO 2.

- A base de 93 partes de acrilato de n-butilo,
- 5 partes de producto de condensación de N-metilolacrilamida y sulfanida (según la Receta de preparación A), 2 partes de
10. ácido acrílico, 2,5 partes de sulfato sódico de laurilo, 2,5 partes de trietanolamina y 140 partes de agua se prepara, mediante buen sacudimiento, una emulsión prolininar. La mitad de esta emulsión prolininar se deposita en un matraz agitador que se ha barrido con nitrógeno y se la ca-
15. lienta a 62° C de temperatura interna. Después de añadir 0,2 partes de bisulfito sódico disueltas en 2 partes de agua, así como 0,025 partes de persulfato potásico disueltas en 0,75 partes de agua, se produce un aumento de temperatura, y entonces se instilan en el curso de 15 minutos la
20. mitad restante de la emulsión prolininar. Por separado, se instilan simultáneamente 0,475 partes de persulfato potásico disueltas en 14,25 partes de agua. A continuación se polimeriza durante 2 horas todavía. Se obtiene una emulsión pura, flúida, con un contenido de polímero de 40,5 % (en
25. teoría, 40,5 %).

EJEMPLO 3.

- A base de 117 partes de acrilato de isobutilo, 22,5 partes de acrilonitrilo, 7,5 partes de producto de condensación de N-metilolacrilamida y etilendibisotansulfonamida (según Receta de preparación B), 3 partes de ácido acrílico, 8,75 partes de sulfonato sódico de petróleo ($C_{26}H_{42}SO_3Na$), 3 partes de heptadecanol, 0,6 partes de trietanolamina y 137,65 partes de agua se prepara, mediante buen sacudimiento,
10. una emulsión preliminar, 75 partes de esta emulsión preliminar se diluyen con 76,3 partes de agua y se calienta la dilución a 57° C de temperatura interna en un matraz agitador barrido antes con nitrógeno. Después de añadir 0,3 partes de bisulfito sódico disueltas en 1,7 partes de agua, así
15. como 0,5 partes de una solución al 3,3 % de persulfato potásico, se produce un aumento de temperatura y entonces se instilan, en el curso de 35 minutos, las 225 partes restantes de la emulsión preliminar, que contienen 5,5 partes de solución de persulfato potásico al 3,3 %. A continuación
20. se añaden todavía por tres veces, a 30 minutos de distancia cada vez, 5 partes de solución al 3,3 % de persulfato potásico y se prosigue aún la polimerización durante 3 horas. Se obtiene una emulsión pura, fluida, con un contenido de polímero de 39,3 % (en teoría, 40,6 %).

326804



- 16 -

EJEMPLO 4.

- A base de 267 partes de cloruro de vinilideno, 30 partes de acrilato de nctilo, 3 partes de producto de
5. condensación de N-metilolacrilamida y etilbisenotansulfonamida (según la Receta de preparación B), 3 partes de ácido dinaftilmetendisulfónico sódico, 1,5 partes de sulfato sódico de laurilo, 3,6 partes de peróxido de hidrógeno y 162 partes de agua se prepara, mediante buen sacudimiento,
 10. una emulsión preliminar. Esta se trata a 19° C, en un matraz agitador que se ha barrido con nitrógeno, con 0,35 partes de ácido ascórbico disueltas en 13,5 partes de agua, así como 1,12 partes de una solución intensamente diluida de sulfato anónico de hierro (0,001 partes de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), lo que hace que la temperatura ascienda.

- Se repite esta adición de catalizador al cabo de una hora y además se diluye la emulsión viscosa con 55 partes de agua. A los 30 minutos de la adición de la segunda adición de catalizador, se calienta la emulsión a 60° C y
20. se polimeriza durante una hora todavía. Se obtiene una emulsión pura, de viscosidad mediana, con un contenido de polímero de 54,9 % (on teoría, 54,9 %).

EJEMPLO 5.

A base de 96 partes de acrilato de n-butilo,
4 partes de producto de condensación de N-metilolacrilamida
5. y hexametilen-bis-p-tolucensulfonamida (según la Receta de
preparación C), 2 partes de sulfato sódico de laurilo, 2
partes de ácido alfa-oxioctadecansulfónico sódico, 0,5 par-
tes de trietanolamina y 136 partes de agua se prepara, me-
diante buen sacudimiento, una emulsión preliminar. La mitad
10. de esta emulsión preliminar se deposita en un matraz agita-
dor que se ha barrido con nitrógeno y se la calienta a 64º
C de temperatura interna. Después de añadir 0,2 partes de
bisulfito sódico disueltas en 2 partes de agua, así como
0,05 partes de persulfato potásico, se produce un aumento
15. de temperatura, y entonces se instila en el curso de 15
minutos la otra mitad de la emulsión preliminar. Separada-
mente, se instilan 0,45 partes de persulfato potásico di-
sueeltas en 13,5 partes de agua. A continuación se polimeriza
durante 4 horas todavía. Se obtiene una emulsión pura, flúí-
20. da, con un contenido de polímero de 37 % (en teoría, 40,7 %).
Las películas coladas con la emulsión son solubles en tri-
cloroetileno frío si se las ha secado al aire; mientras que
endurecidas 5 minutos a temperatura de 160 a 165º C, son
insolubles en tricloroetileno hirviendo.

326804



- 18 -

EJEMPLO 6.

A base de 45 partes de acetato de vinilo, 45 partes de acrilato de n-butilo, 5 partes de producto de

5. condensación de N-metilolacrilamida y sulfamida (según la Receta de preparación A), 5 partes de dietilamino-propil-acrilamida cuaternizada con sulfato de dietilo, 5 partes de metosulfato de lauroilamidopropil-trimetilamonio, 2 partes de un producto de adición de 9 moles de óxido de etileno

10. a 1 mol de nonilfenol, 1 parte de trietanolamina y 235 partes de agua se prepara, mediante buen sacudimiento, una emulsión preliminar. La mitad de esta emulsión preliminar se deposita en un matraz provisto de refrigerador de reflujo, admisión de nitrógeno, termómetro y agitador, el cual se ha ba-

15. rrido antes con nitrógeno, y se la enfría hasta 18°C de temperatura interna. Luego se agregan 1,2 partes de peróxido de hidrógeno (al 35 %) a la emulsión preliminar que se halla en el recipiente de aportación. Después de añadir 1,2 partes de peróxido de hidrógeno (al 35 %), 0,096 partes

20. de ácido ascórbico disueltas en 1,6 partes de agua, así como 1,6 partes de una solución intensamente diluida de sulfato amónico de hierro (0,00025 partes de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), a la emulsión preliminar que se halla en el matraz se produce un aumento de temperatura, y entonces se instila

25. en el curso de una hora la mitad restante de la emulsión



- preliminar. Por separado se instilan simultáneamente 0,384 partes de ácido ascórbico disueltas en 6,4 partes de agua, así como 6,4 partes de una solución intensamente diluida de sulfato amónico de hierro (0,0018 partes de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). A continuación se polimeriza durante 5 horas todavía. Se obtiene una emulsión fluida, finamente dividida, con un contenido de polímero de 28,0 % (en teoría, 30,0 %). Las películas coladas con esta emulsión son, después de secadas al aire, solubles en tricloroetileno hirviente. Si se emplea como catalizador del endurecimiento cloruro de magnesio y se endurece durante 5 minutos a 130°C se obtiene una película insoluble en tricloroetileno hirviente.
15. EJEMPLO 7.
- A base de 60 partes de estireno, 37 partes de acrilato de n-butilo, 3 partes de producto de condensación de N-netilolacrilamida y etilenbisbencensulfonamida (según la Receta de preparación D), 5,0 partes de sulfato sódico de laurilo, 0,5 partes de trietanolamina y 145 partes de agua se prepara, mediante buen sacudimiento, una emulsión preliminar. La mitad de esta emulsión preliminar se deposita en un matraz de reacción provisto de refrigerador de reflujo, administración de nitrógeno, termómetro y agitador, el

326804



- 20 -

- cual se ha barrido con nitrógeno, y se la enfría hasta 18° C de temperatura interna. Luego se añaden 1,2 partes de peróxido de hidrógeno (al 35 %) a la emulsión preliminar que se halla en el recipiente de aportación. Después de a-
5. ñadir 1,2 partes de peróxido de hidrógeno (al 35 %), 0,096 partes de ácido ascórbico disueltas en 1,6 partes de agua y asimismo 1,6 partes de una emulsión intensamente diluida de sulfato amónico de hierro (0,00025 partes de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) a la emulsión preliminar que se halla en el
10. matraz, se produce un aumento de temperatura, y entonces se instilan en el curso de 30 minutos la mitad restante de la emulsión preliminar. Por separado se instilan simultáneamente 0,384 partes de ácido ascórbico disueltas en 6,4 partes de agua, así como 6,4 partes de una solución intensamente diluida de sulfato amónico de hierro (0,0018 partes de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). A continuación se polimeriza durante 3 horas todavía. Se obtiene una emulsión pura, flúida, con un contenido de polímero de 38,8 % (en teoría, 38,8 %). Las películas coladas con esta emulsión que se secan al
20. aire son solubles en tricloroetileno hirviente. Si se emplea como catalizador del endurecimiento cloruro de magnesio y se endurece durante 10 minutos a 130° C, se obtiene una película insoluble en tricloroetileno hirviente.

EJEMPLO 8.

- A base de 75 partes de acrilato de n-butilo, 17 partes de acrilonitrilo, 6 partes de producto de condensación de N-metilacrilamida y etilenbisbencensulfonamida (según la Receta de preparación D), 5 partes de ácido acrílico, 2,5 partes de sulfato sódico de laurilo, 3,5 partes de una grasa sulfonada, 1 parte de trietanolamina, 1 parte de isoctanol y 112 partes de agua se prepara, mediante
10. buen sacudimiento, una emulsión preliminar. La mitad de esta emulsión preliminar se deposita en un matraz provisto de refrigerador de reflujo, admisión de nitrógeno, termómetro y agitador, el cual se ha barrido antes con nitrógeno, y se la enfría hasta 18° C de temperatura interna. Luego
15. se añaden 1,2 partes de peróxido de hidrógeno (al 35 %) a la emulsión preliminar que se halla en el depósito de aportación. Después de agregar 1,2 partes de peróxido de hidrógeno (al 35 %), 0,096 partes de ácido ascórbico disueltos en 1,6 partes de agua y 1,6 partes de una solución intensamente diluida de sulfato amónico de hierro (0,00025 partes de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) a la emulsión preliminar que se
20. halla en el matraz, se produce un aumento de temperatura y entonces se instila, en el curso de una hora, la mitad restante de la emulsión preliminar. Por separado se instilan
25. simultáneamente 0,384 partes de ácido ascórbico disueltas

326804



- 22 -

- en 6,4 partes de agua y 6,4 partes de una solución intensamente diluida de sulfato amónico de hierro (0,0018 partes de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). A continuación se polimeriza todavía durante 3 horas. Se obtiene una emulsión pura, fluida,
5. con un contenido de polímero de 45 % (en teoría, 44,6 %).
Rendimiento en polímero: 98,4 %. Las películas coladas con esta emulsión son solubles en tricloroetileno hirviendo después de secadas a la temperatura ambiente; y secadas durante 10 minutos a 130° C, son completamente insolubles en tricloroetileno hirviendo.
- 10.

E J E M P L O 9.

- Se disuelven en 118 partes de acetato de etilo
15. 36 partes de acetato de vinilo, 11,5 partes de acrilato de n-butilo, y 5 partes de producto de condensación de N-metilol-acrilamida y etilendibencensulfonamida (según la Receta de preparación D) y se calienta esta solución a 60° C de temperatura interna en un matraz provisto de refrigerador de reflujo, admi-
20. sión de nitrógeno, termómetro y agitador, que se ha barrido antes con nitrógeno. Después de añadir 0,2 partes de peróxido de benzilo se produce un aumento de temperatura, y entonces se instilan en el curso de 30 minutos una solución de 36 partes de acrilato de n-butilo, y 11,5 partes de acetato de vinilo en
25. 118 partes de acetato de etilo. Durante la instilación se



- agregan por dos veces 0,2 partes de peróxido de benzóilo y, después de terminada la instilación, se repite todavía por dos veces la adición de 0,2 partes de peróxido de benzóilo, al cabo de 30 minutos cada vez. A continuación se polimeriza todavía durante 7 horas. Se obtiene una solución de resina límpida, de viscosidad mediana y con un contenido de polímero de 28,5 % (en teoría, 30,0 %). Las películas coladas con esta solución de resina son solubles en tricloroetileno después de secadas al aire. Si se añade fluoroborato de zinc y se endurece durante 10 minutos a 160° C, se obtiene una película insoluble en tricloroetileno.

EJEMPLO 10.

15. Se aprosta y fularéca un tejido de algodón con la solución siguiente:
- 120 g/litro de solución acuosa al 50% de éter metílico de metilolmelamina y éter dimetílico de dimetiloletilenurca,
20. 30 g/litro de emulsión al 20 % de polietileno,
50 g/litro de emulsión acuosa que contiene
40,5 % de polimerizado mixto según el Ejemplo 2, a base de 93 partes de acrilato de n-butilo,
25. 5 partes de producto de condensación

326804



- 24 -

de N-netilolacrilamida y sulfanida y
2 partes de ácido acrílico,
3 g/litro de nitrato amónico y
ácido cítrico hasta pH 5,5.

5. Se exprime el tejido de algodón hasta el 60 % de aumento de peso, se le seca a 80° C, se le endurece a temperatura de 150 a 160° C durante 4 minutos y 30 segundos, se le enjuaga en frío durante 5 minutos y se le somete a baño final durante 10 minutos, a 40° C, con 3 g/litro de metafosfato sódico y 1 g/litro de producto de condensación de p-nonilfenol y 9 moles de óxido de etileno. El tejido aprestado manifiesta una mejora evidente del ángulo de arrugamiento respecto al tejido no tratado. Se hierve durante 30 minutos, por cinco veces, un tejido así aprestado, en
10. una solución de 5 g/litro de jabón y 2 g/litro de sosa. Las muestras así tratadas no presentan prácticamente ningún empeoramiento del ángulo de arrugamiento.
- 15.

E J E M P L O 11.

20.

Un cuero de ternera desflorado dos veces con papel 400, recurtido y previamente teñido se trata con la siguiente preparación de fondo:

100 partes de un color de fondo de la composición siguiente:

25.



- 50 % de óxido de hierro,
20 % de polimerizado mixto de estireno y ácido acrílico 60/40,
10 % de emulsión de aceite de parafina, constituida por
5. 50 % de aceite de parafina
7,5 % de emulgente a base de alcohol hidroabietílico y
200 moles de óxido de etileno reticulado
10. con diisocianato de hexametileno, más
42,5 % de agua,
1 % de emulgente a base de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno reticulado con diisocianato de hexametileno y
15. 19 % de agua,
150 partes de emulsión acuosa que contiene 38,8 % de polimerizado mixto según el Ejemplo 1, a base de 78 partes de acrilato de isobutilo, 15 partes de acrilonitrilo, 5 partes de producto de condensación de N-metilolacrilamida y sulfamida, más 2 partes de ácido acrílico, y
20. 350 partes de agua.
Se afelpa el cuero una vez con la preparación,
25. se lo seca, se le plancha en la prensa hidráulica a 70° C

326804



- 26 -

y 150 atmósferas y se le rocía cuatro veces en cruz con la misma preparación de color de fondo, por medio de la pistola rociadora.

El cuero así prestado resistente al planchado a 5. 200° C, y la solidez de los bordes al planchado a 200° C es también buena.

= . =

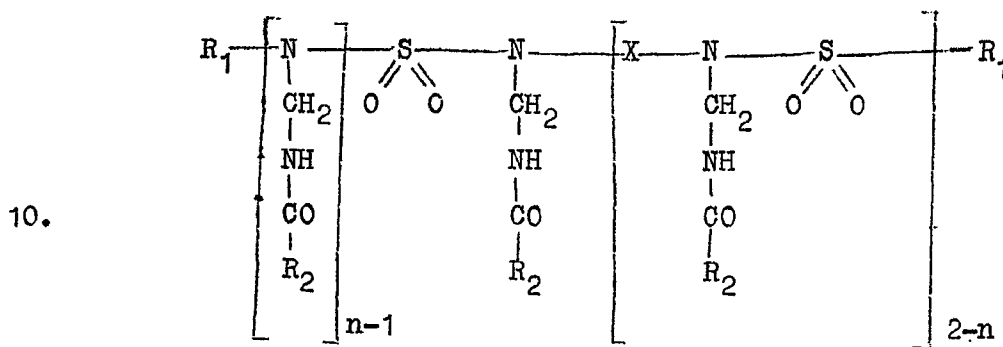


N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patentes suizas núms. 6839/65 del 17.5.65 y del 14.4.66, existiendo en ellas unidad de invención.

1. Procedimiento para la síntesis de nuevos productos de polimerización, caracterizado por polimerizarse carbonamidas alifáticas insaturadas alfa,beta-etilénicamente, provistas de grupos de sulfonamida y que tienen la

5. fórmula



en la que

15. \underline{n} es igual a 1 ó 2,
 R_1 significa un radical alquílico, arílico o alca-
rílico y puede significar también un átomo de
hidrógeno cuando \underline{n} es igual a 2,

326804



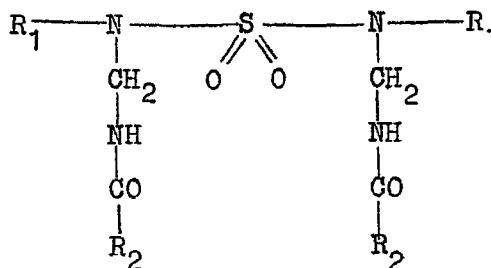
- 28 -

R_2 representa un radical insaturado etilénicamente y que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono y X representa un radical alquilónico o arilónico,

5. junto con otros compuestos monómeros insaturados etilénicamente que son copolimerizables.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por polimerizarse carbonamidas de la fórmula

10.



15.

en la que

R_1 significa un radical alquilico, alquenilico o aralquilico o un átomo de hidrógeno y

20.

R_2 representa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono,

junto con otros compuestos monómeros copolimerizables, insaturados etilénicamente.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por polimerizarse carbonamidas de la fórmula

25.

326804



- 30 -

rílico o aralquílico,

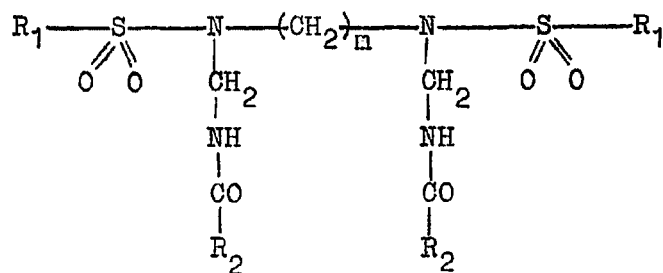
R₂ representa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono y

X representa un radical alquilónico o arilónico,

5. junto con otros compuestos monómeros copolimerizables, insaturados etilénicamente.

5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por polimerizarse carbonamidas de la fórmula

10.



15.

en la que

R₁ significa un radical alquílico o bencénico,

R₂ significa un radical insaturado etilénicamente que contiene a lo sumo 3 átomos de carbono y

20.

n significa un número entero por valor de 1 a 8,

junto con otros compuestos monómeros copolimerizables, insaturados etilénicamente.

6. Procedimiento según una de las reivindicacio-

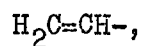
25. nes 1 a 5, caracterizado por polimerizarse carbonamidas,

326804

- 31 -



en cuyas fórmulas el radical R_2 representa un radical



junto con otros compuestos monómeros copolimerizables insaturados etilénicamente.

7. Procedimiento para la síntesis de nuevos productos de polimerización.

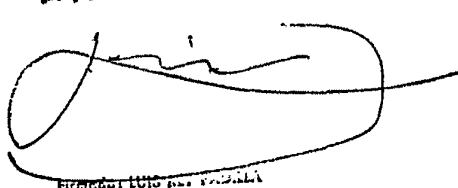
Según se describe y reivindica en la presente memoria
10. que consta de 31 hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a **16 MAY. 1966**

CIBA SOCIETE ANONYME

p. a.

JAIIME ISERN


Director Técnico del Producto