



Case 5944/E

341851

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

por "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN APRESTO HIDROFUGO SOLIDO AL LAVADO SOBRE LOS MATERIALES DE FIBRA", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se ha descubierto que se obtiene un apresto hidrófugo sólido al lavado sobre los materiales de fibra, por tratamiento en un baño acuoso y tratamiento térmico consecutivo, eventualmente después de un secado intermedio, si para ello se emplea un baño que contenga:

- 5.
- a) una metilolaminotriacina esterificada con ácidos grasos superiores o eterificada con alcoholes superiores,
  - b) una materia cética hidrófoba,
  10. c) un producto tensioactivo que presente radicales hidrocarburos alifáticos superiores, ligados a



= 2 =

341851

nitrógeno, con 16 átomos de carbono por lo menos,  
y radicales poliglicólicos con un promedio de 10  
grupos  $\begin{array}{c} | \\ -\text{C}-\text{C}-\text{O}- \\ | \end{array}$  por lo menos,

d) un coloide protector y

5. e) un catalizador del endurecimiento,

siendo la proporción cuantitativa entre a) y b) de 2:3 a  
9:1 y conteniendo la preparación 2 a 10 % de los componen-  
tes a) y b) contados juntos y 0,05 a 5 % del componente d).

10. En calidad de componente a) se emplean, por  
ejemplo, derivados de la formoguanamina, de la aceto gua-  
namina o de la benzoguanamina, pero preferentemente de la  
melamina. Los grupos metilólicos de estos compuestos están  
esterificados con ácidos grasos superiores que contienen  
14 átomos de carbono a lo menos o eterificados con alco-  
15. holes superiores (es decir, que contienen 14 átomos de  
carbono a lo menos), de preferencia alifáticos. Además  
de los grupos metilólicos así degradados, los compuestos  
triacínicos contienen todavía, ventajosamente, grupos me-  
tilólicos eterificados con alcoholes inferiores, como  
20. butanol, isopropanol o, en particular, metanol. Por lo  
general es recomendable que los grupos metilólicos exis-  
tentes estén ulteriormente substituidos de la manera in-  
dicada en el 75 % a lo menos, y más precisamente esteri-  
ficados con ácidos grasos superiores o eterificados con  
25. alcoholes superiores en el 20 a 50 %. Como ejemplos de



# 341851

- radicales acílicos superiores cabe señalar sobre todo los de los ácidos grasos con 16 a 18 átomos de carbono, aunque los radicales no necesitan ser homogéneos, sino que junto a grupos alquílicos con 15 y/o 17 átomos de carbono
5. pueden contener también grupos alquílicos todavía más altos. Sumamente aptos son los ésteros obtenibles del éter metilolmelamínico y el ácido esteárico, y sobre todo los que se obtienen por reacción de metilolmelaminas muy metiladas y ácido esteárico, para lo cual es utilizable con
10. el mismo resultado prácticamente que el ácido esteárico puro el llamado "ácido esteárico técnico", de calidad comercial. Como ejemplo de un alcohol superior cabe señalar el n-octadecanol.

- En calidad de sustancia b) pueden emplearse
15. los agentes hidrofobantes céreos conocidos, como por ejemplo la cera de abejas y el polietileno, pero en particular las parafinas, cuyo punto de fusión se halla con ventaja entre 45 y 70° C. Es preferible que la sustancia b) sea soluble en la sustancia a).

20. Conforme al invento deben emplearse como sustancia c) compuestos que contengan radicales hidrocarburos alifáticos superiores ligados a nitrógeno, de los que un 20 % a lo menos posean 20 átomos de carbono a lo menos, y radicales poliglicólicos con un promedio de 10 grupos
25.  $\begin{matrix} | & | \\ -\text{C} & -\text{C}-\text{O}- \\ | & | \end{matrix}$  a lo menos. Deben ser productos con radical hidrocarburo alifático homogéneo, de preferencia saturado. Sin



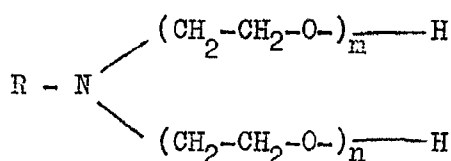
341851

- ombargo, la acción ventajosa de estos compuestos aparece también cuando se emplean mezclas de tales poliglicólicos hidrogenados que sólo en el 20 % a lo menos, y preferentemente en el 60% a lo menos, presentan radicales hidrocarburos con 20 o más de 20 átomos de carbono y al mismo tiempo radicales hidrocarburos con 18 o menos de 18 (por ejemplo, 16) átomos de carbono. El empleo de dichas mezclas tiene la ventaja de que las mezclas alquilamínicas necesarias como materias de partida son más fáciles de preparar que las alquilaminas homogéneas. Por lo demás, se utilizan, por ejemplo, los compuestos poliglicólicos obtenibles por reacción de N-monoalquiletilén- o -propilendiaminas y óxido de etileno, y preferentemente los de N-monoalquilaminas y óxido de etileno, en los que de nuevo los radicales alquílicos, en un 20 % a lo menos, contienen a lo menos 20, y de preferencia 20 ó 22, átomos de carbono en la cadena no ramificada. El término medio de los grupos  $-\overset{|}{\underset{|}{\text{C}}}-\overset{|}{\underset{|}{\text{C}}}-\text{O}-$  en una molécula es de 10 a lo menos, y con ventaja de 20 a 40. Se prefieren los compuestos que en calidad de grupos  $-\overset{|}{\underset{|}{\text{C}}}-\overset{|}{\underset{|}{\text{C}}}-\text{O}-$  contienen exclusivamente grupos  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ . En su lugar pueden hallarse, sin embargo, de conveniencia sólo en pequeña parte, los grupos que se forman por reacción con óxido de propileno u óxido de estireno. Los compuestos poliglicólicos obtenibles de este modo a partir de las aminas contienen átomos de nitrógeno terciarios y pueden cuaternizarse; por ejemplo, con sulfato
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.



341851

- de dimetilo, pero preferentemente con agentes de cuaternización que dan compuestos cuaternarios con un ión de halógeno (como Cl<sup>(-)</sup> o Br<sup>(-)</sup>), por ejemplo con cloruros o bromuros de alquilo, cloroacetamida o bromoacetamida, o, muy convenientemente, con cloroetanol (etilenclorohidrina), cloruro de bencilo o epiclorohidrina. Estas sales amónicas cuaternizadas pueden emplearse como componente c) de la misma manera que los compuestos no cuaternizados. Cabe destacar particularmente, como se desprende de la discusión anterior, los productos de la fórmula
- 5.
- 10.



donde

15. R significa un radical hidrocarburo alifático no ramificado, con 12 átomos de carbono a lo menos,
- m y n significan números enteros, hallándose en el 20 % por lo menos radicales
20.  $\text{R}-\text{N} \begin{cases} \\ \end{cases}$  con 20 átomos de carbono a lo menos, y la suma m + n importa 20 a 40, así como los respectivos compuestos amónicos cuaternarios.
- En calidad de coloide protector d) entra en



# 341851

consideración, por ejemplo, la hidroxietilcelulosa, la sal sódica de la carboximetilcelulosa, el polietilenglicol, la poliacrilamida, la polivinilpirrolidona, un polímero carboxivinílico y, en particular, el alcohol polivinílico.

5. Se prefiera un alcohol polivinílico de viscosidad mediana a alta, con grado de saponificación superior a 86 %. Las soluciones acuosas al 5 % presentan a 25° C una viscosidad de 40 a 80 centipoises, medida con un viscosímetro de rotación en una relación radial de 0,96 del cuerpo de medición respecto al vaso de medición.
- 10.

En calidad de catalizador de endurecimiento

- c) para el compuesto metilólico a) pueden emplearse los conocidos endurecedores aminoplastos ácidos o potencialmente ácidos; por ejemplo, sales amónicas de ácidos fuertes (como sulfocianuro amónico o cloruro amónico), nitrato de zinc, cloruro de zinc, fluoroborato de zinc, cloruro de magnesio, ácido clorhídrico, ácido fosfórico o ácido fórmico. Muy ventajosas resultan las sales de aluminio (por ejemplo, cloruro o sulfato de aluminio).
- 15.

20. Los baños utilizables según este invento pueden prepararse de manera ya conocida. De conveniencia se compone primeramente una emulsión que contiene las materias a), b), c) y d) en la proporción cuantitativa prescrita, pero en concentración más elevada que la de uso.

25. Tales emulsiones, que tienen buena estabilidad de almacenamiento, se caracterizan por contener:



341851

- a) una metilolaminotriacina esterificada con ácidos grasos superiores o esterificada con alcoholes superiores,
- b) una materia cerosa hidrófoba,
5. c) un producto tensioactivo que presenta radicales hidrocarburos alifáticos superiores ligados a nitrógeno, con 16 átomos de carbono a lo menos, y radicales poliglicólicos con un promedio de 10 grupos  $\begin{array}{c} | \\ -\text{C}-\text{C}-\text{O}- \\ | \end{array}$  a lo menos,
10. y
- d) un coloide protector,
- con la proporción cuantitativa de 2:3 a 9:1 entre a) y b) y con un contenido de 20 a 50 % de los componentes a) y b),
15. contados juntos, de 1,5 a 20 % del componente c) y de 0,5 a 5,0% del componente d) en la preparación.

Para preparar las emulsiones, se actúa ventajosamente añadiendo primeramente las materias c) y d) genuina o coloidalmente solubles en agua, así como, para evitar un pH bajo y por lo tanto un endurecimiento prematuro, una pequeña cantidad de una amina (por ejemplo, morfolina, metilmorfolina, hidroxietilmorfolina, dietiletanolamina, metildietanolamina, otildietanolamina, trietanolamina o dimetiletanolamina), a la cantidad necesaria

20. de agua e introduciendo luego a temperatura elevada, consecutivamente o, de preferencia, conjuntamente (en forma

25.



# 341851

- de una fusión caliente), los componentes a ) y b). Con ayuda de un agitador eficaz u otro dispositivo apropiado debe cuidarse de la homogeneización inmediata del correspondiente sistema bifásico. El calor se aporta convenientemente de modo que la temperatura de la emulsión se halle cerca del punto de ebullición, pero sin alcanzarlo. Durante la operación emulsionadora, o en particular después de ésta, pueden agregarse todavía otras materias (por ejemplo, desespumantes).
- 5.
10. Para el uso, la emulsión se diluye con agua fría o caliente y se añade el catalizador del endurecimiento. El tratamiento del material de fibra (por ejemplo, algodón o fibras de celulosa regenerada) con los baños de la composición que se ha indicado al principio puede efectuarse, a la temperatura ambiente o a temperatura ligeramente elevada, con los dispositivos conocidos usuales, de conveniencia en el fular. El aumento de peso es con ventaja de 60 a 100 %.
- 15.
20. El material de fibra así impregnado puede entonces secarse antes de someterlo a un tratamiento térmico, por ejemplo a temperatura de 120 a 180° C durante 20 a 1 minutos.
25. Los aprestos que se obtienen por el procedimiento aquí expuesto confieren a los materiales de fibra buena capacidad hidrófuga y son sólidos al lavado. Los



341851

- baños de la composición indicada que para ello se necesitan presentan la ventaja de que, aún en la elaboración de grandes partidas, no dejan productos cónicos ni en el tejido ni en las instalaciones, sobre todo en los rodillos del fular.
- 5.

Receta de preparación A

Se describe la preparación de 500 g de una emulsión cuyos datos deben tomarse en la Tabla II que aparece más adelante.

10. En un recipiente caldecable con agitador de hóllice cuyo número de revoluciones es regulable en continuo, se disuelven con agitación moderada, primeramente a temperatura de 20 a 25° C y luego a 70° C, y g del polvo de alcohol polivinílico V en 142,5 ± 5 g de agua (la cantidad adicional de agua se determina según el contenido de emulgente). Luego se agregan y se disuelven a g de la amina A y e g del emulgente E. En esta solución acuosa de emulgente se vierte entonces, empezando a 85° C, una fu sión homogénea, caliente a unos 105° C, de m g de un producto de condensación M, cuya preparación se expone más adelante, y p g de parafina P y se agita con número creciente de revoluciones hasta que se forma una emulsión coloidal, mientras se cuida, mediante la regulación de la calefacción externa, de que la emulsión no empiece a
- 15.
- 20.



# 341851

- hervir. Seguidamente se añaden todavía 96,75 g de agua a 70° C y 3 g de un desespumante a base de silicona en forma dispersa, con agitación lenta. Después de volver a centrifugar enérgicamente, se obtiene una emulsión finamente dispersa que se enfría hasta la temperatura ambiente en agua corriente, pero sin agitarla. La emulsión preparada por este procedimiento puede diluirse con agua fría o caliente y muestra las propiedades que se indican en los Ejemplos 1 a 12, expuestos más adelante.
- 5.
10. Los productos de condensación M (resinas melamínicas esterificadas M I a III y resinas melamínicas esterificadas M IV a VI) se preparan del modo siguiente:
- M I: Agitando, se introducen 324 partes (1 mol) de hexametilolmelamina finamente pulverizada en 2000 volúmenes de metanol que contienen 100 volúmenes de ácido clorhídrico al 30 %. El compuesto metilólico queda disuelto al cabo de 10 minutos. Se agita inmediatamente la solución con unas 160 partes de carbonato sódico anhidro hasta que da reacción neutra con el papel tornasol. Se separa por filtración la sal precipitada y se evapora la solución en vacío hasta un jarabe al 98 % a lo menos. Se elimina por filtración en caliente la sal que ahora se ha precipitado todavía y se calientan 100 partes de este éter metílico de metilolmelamina con 130 partes de ácido esterárico, en vacío de 10 a 20 mm de Hg y a temperatura
- 15.
- 20.
- 25.



# 341851

de 190 a 200° hasta que el índice de acidez es de 5 a 8.

5. M II: 390 g (1 mol) del éter metílico de metilol-melamina descrito en M I se calientan con 270 g (1 mol) de ácido esteárico técnico, en vacío de 25 a 30 mm de presión de Hg y a temperatura de 195 a 200° C hasta que el índice de acidez es de 2 a 3, lo que ocurre al cabo de 3 horas de calentamiento.

10. M III: 390 g (1 mol) del éter metílico de metilol-melamina descrito en M I se calientan con 242 g (1 mol) de ácido mirístico, en vacío de 25 a 30 mm de presión de Hg y a temperatura de 195 a 200° C hasta que el índice de acidez es de 2 a 3.

15. M IV: 195 g ( $\frac{1}{2}$  mol) del éter metílico de metilol-melamina descrito en M I se calientan con 155 g de un alcohol araquidílico sintético, en vacío de 30 a 35 mm de presión de Hg, a temperatura de 195 a 200° C y agitando, durante 4 horas. Después del enfriamiento se obtiene una masa tenaz, que se disuelve con limpidez en benceno.

20. M V: 250 g ( $\frac{1}{2}$  mol) de una solución al 75 % en butanol de un éter butílico de hexametil-melamina con unos 2 a 3 grupos butílicos se calientan con 155 g de un alcohol araquidílico sintético a temperatura de 120° C y en vacío de 30 mm de presión de Hg, durante una hora, lo que hace que se destile butanol. Se prosigue el calentamiento durante 8 horas más y después del enfriamiento se obtiene una masa tenaz, de color amarillo pálido y que se

25.



# 341851

disuelve en benceno con limpidez.

- M VI : 195 g ( $\frac{1}{2}$  mol) del éter metílico de metilolmelamina descrito en M I se calientan con 105 g ( $\frac{1}{2}$  mol) de alcohol mirístico, en vacío de 30 a 35 mm de presión de Hg, a temperatura de 195 a 200° C y agitando, durante 6 horas. Se obtiene una masa muy viscosa y casi incolora, que se disuelve con limpidez en benceno y en parafina.

### Receta de preparación B

- Se describe la preparación de 500 g de una emulsión cuyos datos deben tomarse de la Tabla III que aparece más adelante.

- En un recipiente caldeable con agitador de hélice como el que se ha descrito en A, se disuelven con agitación moderada, primeramente a temperatura de 20 a 25° C y luego a 70° C, y g del polvo de alcohol polivinílico V en 142,5 g de agua. Luego se agregan 0,25 g de dimetiletanolamina. En esta solución acuosa de coloide protector se vierte entonces, empezando a 85° C, una fusión homogénea, caliente a temperatura de 100 a 105° C, a base de 112,5 g de un éster M I como el descrito en A, 112,5 g de parafina de punto de fusión 60° C y e g del emulgente E y se agita con número creciente de revoluciones hasta que se forma una emulsión, mientras se cuida, mediante la regulación de la calefacción externa, de que la emulsión no empiece a hervir. Seguidamente se añaden todavía 71,75 g, 46,75 g o 21,75 g, respectivamente, de



# 341851

- agua a 70° C (la cantidad de agua que se añade se determina según el contenido de emulgente) y 3 g de un desespumante a base de silicona en forma dispersa, con agitación lenta. Después de centrifugar otra vez enérgicamente,
5. se obtiene una emulsión coloidal finamente dispersa, que se enfría hasta la temperatura ambiente en agua corriente a 15° C, pero sin agitar. Esta emulsión puede desleírse y diluirse con agua fría o caliente y muestra las propiedades que se señalan en los Ejemplos 13 a 17, expuestos
10. más adelante.

### Receta de preparación C

Se describe la preparación de 500 g de una emulsión cuyos datos deben tomarse de la Tabla IV que se incluye más adelante.

15. En un recipiente caldecable con agitador de hóllice cuyo número de revoluciones es regulable en continuo, se disuelven con agitación moderada, primeramente a temperatura de 20 a 25° C y luego a 70° C, y g del polvo de colóide protector v en 142,5 g de agua. Luego se agregan y disuelven a g de la amina A y e g del emulgente E (un producto de adición de 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla de 10 % de estearilamina, 55 % de araquidilamina y 35 % de behenilamina). En esta solución acuosa de emulgente se vierte entonces, empezando a 85°
- 20.
25. C, una fusión homogénea, caliente a unos 105° C, de m g



# 341851

- de un éster M I a base de éter metílico de metilolmelamina y ácido esteárico (cuya preparación se ha descrito en la receta A) y p g de parafina P, b g de cera de abejas B y po g de polietileno Po y se agita con número creciente de revoluciones hasta que se forma una emulsión coloidal,
5. mientras se cuida, mediante la regulación de la calefacción externa, de que la emulsión no se ponga a servir. Seguidamente se añaden todavía 93 g de agua a 70° C y 3 g de un desespumante a base de silicona en forma dispersa,
10. con agitación lenta. Después de centrifugar enérgicamente una vez más, se obtiene una emulsión finamente dispersa, la cual se ajusta primeramente a 500 g de peso con un poco de agua a 70° C y luego se enfría hasta la temperatura ambiente en agua corriente, pero sin agitar. La emulsión preparada por este procedimiento puede diluirse
15. con agua fría o caliente y muestra las propiedades que se expresan en los Ejemplos 18 y 28, expuestos más adelante.

### Receta de preparación D

20. Se describe la preparación de 500 g de una emulsión cuyos datos deben tomarse de la Tabla V que se expone más adelante.

- En un recipiente caldable con agitador de hélice cuyo número de revoluciones es regulable en continuo,
25. se disuelven con agitación moderada, primeramente a



341851

- temperatura de 20 a 25° C y luego a 70° C, y g del polvo de colcoide protector Y en 142,5 g de agua. Luego se añaden y se disuelven a g de la amina A y c g del emulgente E. En esta solución acuosa de emulgente se vierte entonces,
5. empezando a 85° C, una fusión homogénea, caliente a unos 105° C, de m g de una de las resinas melamínicas M I a M VI (cuya preparación se ha descrito en la receta A) y de p g de parafina P y se agita con número creciente de revoluciones hasta que se forma una emulsión coloidal,
  10. mientras se cuida, mediante la regulación de la calefacción externa, de que la emulsión no se ponga a hervir; Seguidamente se añaden todavía 94,5 g de agua a 70° C y 3 g de un desespumante a base de silicona en forma dispersa, con agitación lenta, y, después de centrifugar
  15. enérgicamente una vez más, se obtiene una emulsión finamente dispersa, la cual se ajusta primeramente a 500 g de peso con un poco de agua a temperatura de 60 a 70° C y luego se enfría hasta la temperatura ambiente en agua corriente, pero sin agitar. La emulsión preparada por este
  20. procedimiento puede diluirse con agua fría o caliente y muestra las propiedades que se exponen en los Ejemplos 29 a 35, incluidos más adelante.



# 341851

## EJEMPLO 1

- 120 g de una emulsión preparada según la receta A y conforme a la Tabla II, Ejemplo 1, se diluyen con agua a la temperatura ambiente y añadiendo ácido clorhídrico hasta pH 5,0, de tal modo que después de la adición de 24 g de una solución al 20 % de sulfato de aluminio se obtenga un baño de impregnación de 1 litro. Se deposita este baño en la artesa de un fular de tres rodillos y se hace pasar por éste un crepón de viscosa teñido de negro. La absorción de líquido impregnantes del 60 %. Después de secar a 80° C, se endurece durante 5 minutos a 150° C. Se obtiene un material con apresto hidrófugo. Ni el tejido ni los rodillos del fular quedan ensuciados por residuos. Para comprobar este aspecto, en lugar de hacer pasar el tejido una sola vez por el fular, puede hacerse circular por él continuamente durante una hora una cinta sin fin de 3 metros de longitud, con una velocidad de paso de 6 metros por minutos. No se advierten tampoco ni en el tejido ni en los rodillos sedimentos dignos de nota. Sin embargo, estas suciedades se presentan cuando en lugar de la substancia c) que ha de incluirse según el invento se emplean para preparar la emulsión, por ejemplo, productos tensioactivos de adición de óxido de etileno a alcoholes superiores o a aminas grasas pro-
5.  
10.  
15.  
20.



# 341851

vistas exclusivamente de menos de 20 átomos de carbono.

El grado de ensuciamiento de los rodillos puede evaluarse, según la Tabla I que sigue, proporcionalmente al número S; la cifra total de todas las S constituye el grado de ensuciamiento del fular.

5.

Tabla I

10.	Fular: rodillo superior	-	-	-	S	S	S	SS	SS	SS	SSS
	rodillo central	-	S	S	S	SS	SS	SS	SSS	SSS	SSS
	rodillo inferior	-	-	S	S	S	SS	SS	SS	SSS	SSS
15.	Grado de ensuciamiento	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9

Además de la emulsión según el Ejemplo 1, se indican en las Tablas II a VI otras emulsiones que pueden prepararse según las recetas A, B, C o D y utilizarse o probarse de la manera que se ha indicado.

20.



# 341851

Tabla II

Ejemplo nº		1	2	3	4	5	6	
<u>Receta de preparación A</u>								
5.	I. La emulsión <u>con</u> <u>tiene</u> V: Alcohol poli- vinílico muy viscoso: 45 ± 5* grado de sa- ponificación 87-89%	v = 7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	6	
10.	muy viscoso: 60 ± 5 * grado de sapo- nificación 98-99%	v =					2,5	
	A: Trietanolamina dimetiletanolamina	a = a =	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	
15.	E: Producto de adi- ción de 30 moles de óxido de eti- leno a 1 mol de una mezcla de 10 % de estearilami- na, 55 % de araquí- dilamina y 33 % de behenilamina	e =	25	25	25	25	20	
20.	I cuat. con clo- roetanol	e =						
	I cuat. con epi- clorohidrina	e =						
	I cuat. con clo- ruro de benci- lo	e =						
	MI:	m =	112,5	112,5	112,5	202	150	112,5
	P: Parafina F 60-62°C	p =	112,5			23	75	112,5
	parafina F 50-52°C	p =		112,5				
25.	isocerina F 70-72°C	p			112,5			

341851



Tabla II (continuación)

Ejemplo N°		1	2	3	4	5	6
5.	II. Impregnación de sarja de algodón; prueba de hebliza; muestra sin lavar	g/l de emulsión 80	80	80	80	80	120
		g/l de sulf. de Al 5,2	3,2	3,2	3,2	4,8	4,8
		% de H <sub>2</sub> O 2,3	2,5	3,5	7,2	4,1	
10.	Muestra lavada en ebullición III Prueba de fulardeo Grado de ensuciamiento	% de H <sub>2</sub> O 3,1	3,1	3,6	10,7	9	
		1	0	1	0	0	1
15.	IV. Cinta de tejido: impecable: sucia:	= g = s	g	g	g	g	g

\* Viscosidad de una solución acuosa al 4 %, a 20° C, en centipoises.



Tabla II

Ejemplo nº		7	8	9	10	11	12
<u>Receta de preparación A</u>							
I. La emulsión <u>con</u> <u>tiene</u>							
5.	V: Alcohol polivinílico muy viscoso: $45 \pm 5^*$ grado de saponificación 87-89%	v = 7,5	7,5	7,5	5	7,5	5
10.	muy viscoso: $60 \pm 5^*$ grado de saponificación 98-99%	v =					
	A: Trietanolamina dimetiletanolamina	a = 0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
15.	E: Producto de adición de 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla de 10 % de estearilamina, 55 % de araquidilamina y 33 % de behenilamina	e =			20	20	20
20.	I cuat. con cloroetanol	e = 20					
	I cuat. con epíclorohidrina	e =	20				
	I cuat. con cloruro de bencilo	e =		20			
	MI:	m = 112,5	112,5	112,5	112,5	112,5	112,5
	P: Parafina F 60-62°C	p = 112,5	112,5	112,5	112,5	112,5	112,5
25.	parafina F 50-52°C	p =					
	isocerina F 70-72°C	p =					



Tabla II (continuación)

Ejemplo Nº		7	8	9	10	11	12
5.	II. Impregnación de <u>sa</u> rga de algodón; prueba de <u>hebu</u> liza <u>ci</u> ón; muestra sin <u>la</u> var				80	80	80
	g/l de emul <u>si</u> ón						
	g/l de sulf. de <u>Al</u>				3,2	3,2	3,2
	% de H <sub>2</sub> O				2,9	3,2	2,7
10.	Muestra lavada en ebu <u>ll</u> ición				3,2	4,3	3,0
	III Prueba de fu <u>l</u> lardeo Grado de ensu <u>ci</u> amiento	3	1	1	2	2	2
15.	IV. Cinta de tejido: im <u>pe</u> ca <u>ble</u> : sucia:						
	= g	g	g	g	g	g	g
	= s						

\* Viscosidad de una solución acuosa al 4 %, a 20° C, en centipoises.



Tabla III

Ejemplo Nº		13	14	15	16	17
I La emulsión contiene						
5.	V: Alcohol polivinílico muy viscoso: 45 ± 5* grado de saponificación 87-89 %	v = 7,5	7,5	7,5	7,5	7,5
	A: Dimetiletanolamina	a = 0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
10.	E: Producto de adición de 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla de 10 % de estearilamina, 55% de araquidilamina y 35 % de behenilamina	e = 50	75	100		
15.	Producto de adición de 70 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla de 30 % de palmitilamina, 40 % de estearilamina, 20% de araquidilamina y 10 % de behenilamina	e =			25	
20.	Producto de adición de 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla de 30% de palmitilamina, 40 % de estearilamina, 20 % de araquidilamina y 10 % de behenilamina	e =				25
	M I:	m = 112,5	112,5	112,5	112,5	112,5
25.	P : Parafina F 60º C	p = 112,5	112,5	112,5	112,5	112,5

341851



Tabla III (continuación)

Ejemplo Nº		13	14	15	16	17
5.	II Impregnación de sarga de algodón	g/l del Ejemplo g/l del sulfato de Al	80 3,2	80 3,2	80 3,2	
	Prueba de nebulización:					
	Muestra sin lavar	% H <sub>2</sub> O	2,3	3,0	3,4	
10.	Muestra lavada en ebullición	% H <sub>2</sub> O	2,4	3,6	3,6	
	III Prueba de fulardeo grado de ensuciamiento		0	0	0	I 0
15.	IV Cinta de tejido: impecable: sucía:	= g = s	g	g	g	g

20. \* Viscosidad de una solución acuosa al 4 %, a 20° C, en cP



Tabla IV

Ejemplo Nº		18	19	20	21	22	23
<u>Receta de preparación C</u>							
5.	I. La emulsión <u>con</u> <u>tiene</u>						
	V: Alcohol polivi nílico muy vis coso: 45 ± 5 1) grado de saponi ficación 87-89 %	v = 7,5	7,5	7,5			
10.	Hidroxietilcelu- losa 2)	v =			3,2	2,5	
	Hidroxietilcelu- losa 3)	v =					1,9
	Polímero de óxido de etileno de pe so molecular alto 4)	v =					
15.	Cárbaximetilcelu losa sódica 5)	v =					
	Polímero carboxi vinílico de peso molecular alto 6)	v =					
	Poliacrilamida de peso molecular al to 7)	v =					
20.	Polivinilpirroli dona de peso mole cular alto 8)	v =					
	A: Dimetiletanolamina	a = 2,5	2,5	2,5	2,5	0,25	2,5
	E: "	e = 25	25	25	25	15	25
	MI:	m = 112,5	112,5	112,5	112,5	112,5	112,5
	P: Parafina F 60-62°C	p = 56,25		56,25	112,5	112,5	112,5
	B: Cera de abejas	b = 56,25	112,5				
	PO: Polietileno	po =		56,25			

341851

Tabla IV (continuación)

Ejemplo Nº		18	19	20	21	22	23
5.	II. Impregnación de sarga de algodón prueba de nebulización	g/l de emulsión	120	120	120	120	120
	Muestra sin lavar	g/l de sulf. de Al	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
	Muestra lavada en ebullición	% de H <sub>2</sub> O	5	10	5	3,1	3,2
		% de H <sub>2</sub> O	3,7	11	5,1	3,2	2,6
10.	III Prueba de fulardeo grado de ensuciamiento:	0	0	0	0	1	0
	IV Cinta de tejido: impecable: sucia :	= g = s	g	g	g	g	g

15. 1) Viscosidad de una solución acuosa al 4%, a 20° C; en centipoises  
 2) Viscosidad de una solución acuosa al 2,16%, a 25° C; 482 centipoises  
 3) Viscosidad de una solución acuosa al 1,28%, a 25° C; 620 centipoises  
 4) Viscosidad de una solución acuosa al 5,62%, a 25° C; 621 centipoises  
 5) Viscosidad de una solución acuosa al 3,9 %, a 25° C; 498 centipoises
20. 6) Viscosidad de una solución acuosa al 2,5 %, a 25° C; 352 centipoises  
 7) Viscosidad de una solución acuosa al 5,0 %, a 25° C: 202 centipoises  
 8) Viscosidad de una solución acuosa al 7,5 %, a 25° C: 79 centipoises



341851

Tabla IV

Ejemplo Nº		24	25	26	27	28
<u>Receta de preparación C</u>						
5.	I. La emulsión <u>con</u> tiene					
	V: Alcohol polivi- nílico muy vis- coso: 45 ± 5 1) grado de saponi- ficación 87-89 %	v =				
10.	Hidroxietilcelu- losa 2)	v =				
	Hidroxietilcelu- losa 3)	v =				
	Polímero de óxido de etileno de pe- so molecular alto 4)	v =	8,4			
15.	Carboximetilcelu- losa sódica 5)	v =	5,85			
	Polímero carboxi- vinílico de peso molecular alto 6)	v =		3,75		
	Poliacrilamida de peso molecular al- to 7)	v =			3,0	
20.	Polivinilpirroli- dona de peso mole- cular alto 8)	v =				3,0
	A: Dimetiletanolamina	a =	2,5	2,5	2,5	2,5
	E: "	e =	25	25	25	25
	MI:	m =	112,5	112,5	112,5	112,5
	P: Parafina F 60-62°C	p =	112,5	112,5	112,5	112,5
	B: Cera de abejas	b =				
	PO: Polietileno	po =				

341851



Tabla IV (continuación)

Ejemplo Nº		24	25	26	27	28	
5.	II. Impregnación de sarga de algodón prueba de nebulización	g/l de emulsión	120	120	120	120	120
		g/l de sulf. de Al	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
	Muestra sin lavar	% de H <sub>2</sub> O	4,9	3,2	3,7	3,1	4,5
	Muestra lavada en ebullición	% de H <sub>2</sub> O	3,2	7,0	3,7	3,8	3,9
10.	III Prueba de fulardeo grado de ensuciamiento:	0	0	0	0	0	
15.	IV Cinta de tejido: impecable:	= g	g	g	g	g	
	sucia :	= s					
20.	1) Viscosidad de una solución acuosa al 4%, a 20° C; en centipoises						
	2) Viscosidad de una solución acuosa al 2,16%, a 25° C; 482 centipoises						
	3) Viscosidad de una solución acuosa al 1,28%, a 25° C; 620 centipoises						
	4) Viscosidad de una solución acuosa al 5,62%, a 25° C; 621 centipoises						
	5) Viscosidad de una solución acuosa al 3,9 %, a 25° C; 498 centipoises						
	6) Viscosidad de una solución acuosa al 2,5 %, a 25° C: 352 centipoises						
	7) Viscosidad de una solución acuosa al 5,0 %, a 25° C: 202 centipoises						
	8) Viscosidad de una solución acuosa al 7,5 %, a 25° C: 79 centipoises						



341851

Tabla V

Ejemplo N°		29	30	31	32	33	34	35
<u>Receta de preparación D</u>								
I. La emulsión contiene								
5.	V: Alcohol polivinílico muy viscoso: 45+5 l) grado de saponificación 87-89%	v =	7,5	7,5	7,5	7,5		7,5
	Hidroxietilcelulosa. 2)	v =	3,2				2,5	
10.	A: Dimetiletanolamina	a =	2,5	2,5	2,5	2,5	0,25	2,5
15.	E: Producto de adición de 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla de 10% de estearilamina, 55% de araquidilamina y 96% de behenilamina	e =		25	25	25	15	25
20.	a 1 mol de una mezcla de 25% de hexadecilamina, 70% 70 % de estearilamina y 5% de octadecenilamina	e =	25					

1) y 2) véase en la tabla IV

341851

Tabla V (continuación)

Ejemplo Nº		29	30	31	32	33	34	35
5.	a 1 mol de una mezcla de 90% de hexadecilamina, 6% de octadecilamina y 4% de octadecenilamina	e =	25					
10.	M: Resina melamínica	I m =	112,5	112,5	112,5	112,5	112,5	112,5
		II m =						
		III m =						
		IV m =						
		V m =						
		VI m =						
15.	P: Parafina F 60-62°C	p =	112,5	112,5	112,5	112,5	112,5	112,5
20.	II. Impregnación de sarga de algodón:	g/l de emulsión	120	120	120	120	120	120
	Prueba de nebulización:	g/l de sulfato Al	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8	4,8
	Muestra sin lavar	% de H <sub>2</sub> O	3,1	3,2	5,1	6,2	4,6	3,2
25.	Muestra lavada en ebullición	% de H <sub>2</sub> O	3,2	3,0	5,8	5,1	4,4	2,6
	III. Prueba de fulardeo							
	grado de ensuciamiento		2	2	3	4	0	0
30.	IV. Cinta de tejido: impecable	= g						
	sucia :	= g	g	g	g	g	g	g



341851

TABLA VI

Ejemplo N <sup>o</sup>	36	37	38	39	40
I. Receta de preparación C Ejemplo 22					
5. II. Impregnación de sarga de algodón	120 g/l de emulsión	120 g/l de emulsión	120 g/l de emulsión	120 g/l de emulsión	120 g/l de emulsión
Catalizador	2,7 g/l de NH <sub>4</sub> Cl	5,4 g/l de NH <sub>4</sub> Cl	5,4 g/l de nitrato de Zn	5,4 g/l de cloruro de Mg	5,4 g/l de fluoroborato de Zn
10. Prueba de nebulización,					
Muestra sin lavar:	3,5	3,4	4,1	3,8	4,5
Muestra lavada	6,6	3,3	3,9	3,4	4,4
15. III. Prueba de fulardeo					
grado de ensuciamiento	0	0	1	2	1
20. IV. Cinta de tejido					
impecable:	= g	g	g	g	g
sucia:	= s				



341851

REIVINDICACIONES

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. 8747/66 del 16.6.66 y 6989/67 del 18.5.67, existiendo en ellas unidad de invención.

5.

1. Procedimiento para producir un apresto hidrófugo sólido al lavado sobre los materiales de fibra, caracterizado por tratarse el material de fibra en un baño acuoso que contiene:

10.

a) una metilolaminotriacina esterificada con ácidos grasos superiores o esterificada con alcoholes superiores,

b) una materia cerosa hidrófoba,

15.

c) un producto tensioactivo que presente radicales hidrocarburos alifáticos superiores ligados a nitrógeno, con 16 átomos de carbono por lo menos, y radicales poliglicólicos con un promedio de 10 grupos  $-\overset{\text{H}}{\underset{\text{H}}{\text{C}}}-\overset{\text{H}}{\underset{\text{H}}{\text{C}}}-\text{O}-$  por lo menos

d) un coloide protector y

20.

e) un catalizador del endurecimiento,

con la proporción cuantitativa de 2:3 a 9:1 entre a) y b)



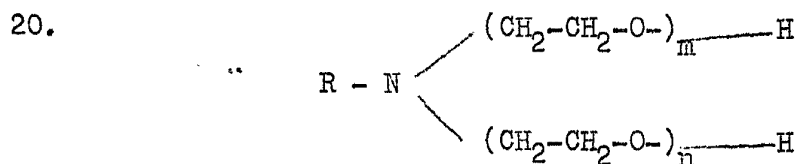
341851

y con un contenido de 2 a 10% de los componentes a) y b),  
contados juntos, de 0,15 a 3,2 % del componente c) y de  
0,05 a 5 % del componente d) en la preparación.

5. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado en que el baño contiene, en calidad de compo-  
nente c), un compuesto poliglicólico de una monoalquilamina  
provista de 16 átomos de carbono a lo menos.

10. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado en que el baño contiene, en calidad de compo-  
nente b), una materia cerosa hidrófoba, soluble en el com-  
ponente a), y en calidad de componente c), un producto  
tensioactivo que presenta radicales hidrocarburos alifá-  
ticos superiores ligados a nitrógeno, un 20 % de los cua-  
les, por lo menos, tienen a lo menos 20 átomos de carbono,  
15. y radicales poliglicólicos con un promedio de 10 grupos  
- $\dot{C}$ - $\dot{C}$ -O- a lo menos.

4. Procedimiento según la reivindicación 3, ca-  
racterizado en que el baño contiene, en calidad de compo-  
nente c), compuestos de la fórmula





341851

on la que

R significa un radical hidrocarburo alifático no ramificado, con 12 átomos de carbono a lo menos, mientras que

5.  $\underline{m}$  y  $\underline{n}$  significan números enteros, hallándose en el 20% a lo menos radicales R-N  $\left\langle \right.$  con 20 átomos de carbono a lo menos, e importando la suma

$\underline{m} + \underline{n}$  de 20 a 40,

10. o los respectivos compuestos amónicos cuaternarios.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 y 4, caracterizado en que el baño contiene, como componente a), un éster obtenible a base de éter metílico de metilolmelamina y ácido esteárico.

15. 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 a 5, caracterizado en que el baño contiene parafina en calidad de componente b).

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 a 6, caracterizado en que el baño contiene alcohol polivinílico en calidad de componente d).

20. 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 a 7, caracterizado en que la proporción cuantitativa entre a) y b) es de 9:11 a 7:3 y el baño contiene de 0,2 a 2,0 % del componente c).



341851

9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 a 8, caracterizado en que el baño contiene como componentes:

- 5. a) un éster de éter polimetílico de polimetilolmelamina y ácido esteárico,
- b) parafina,
- c) un producto de adición de 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla de 10 % de esteárilamina, 55 % de araquidilamina y 35 % de behenilamina,
- 10. d) un alcohol polivinílico y
- e) sulfato de aluminio.

10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que el baño contiene como componentes:

- 15. a) un éster de éter polimetílico de polimetilolmelamina y ácido esteárico,
- b) parafina
- c) un producto de adición de 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla de 25 % de hexadecilamina, 70 % de octadecilamina y 5% de octadecnilamina.
- 20.



341851

11. Procedimiento para producir un apresto hidrófugo sólido al lavado sobre los materiales de fibra.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 35 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 7 de Junio de 1967

p.a.

JAIME IERN

R. P.

Firmado: JOAQUIN SANZ HERRERO