

342419

PATENTE DE INVENCION

Ref: SG 2948.



342419

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para preparar una composición hidrófuga".

Solicitante: RHONE-POULENC S.A., entidad francesa, residente en 22, Avenue Montaigne, Paris-8e, Francia.

El presente invento, tiene por objeto una nueva composición hidrófuga para materias fibrosas, sintéticas o naturales, a base de organopolisiloxanos como agentes hidrófugos y de isopropilato de aluminio como agente de endurecimiento.

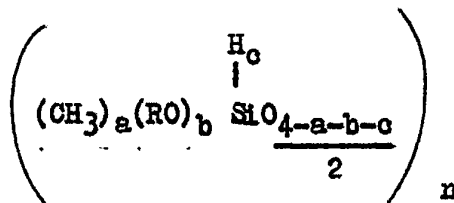
5.

- 2 -
342419



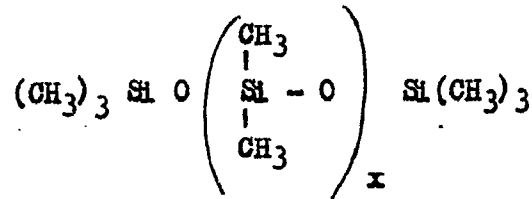
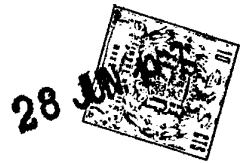
Se han propuesto diversas composiciones organopolisiloxánicas que contienen compuestos organometálicos u organometaloídicos para la hidrofugación de los textiles.

5. El presente invento tiene por objeto una nueva composición hidrófuga para materias fibrosas sintéticas o naturales constituida por los elementos que figuran a continuación con sus proporciones:
- 1) 100 partes de un organopolisiloxano (A) de fórmula
10. la media:



- en la cual el símbolo R representa un átomo de hidrógeno y/o un radical alifático que posee de 1 a 4 átomos de carbono, tal como metilo, etilo, propilo, butilo y a, b, c tienen un valor cualquiera entero o no, que va para a de 0,5 a 2,5, para b de 0 a 1,1, para c de 0 a 1,5, no pudiendo b y c ser nulos simultáneamente, estando comprendida la suma $a + b + c$ entre 0,501 y 2,7, y teniendo n un valor de 10 a 500.
- 2) 25 a 60 partes de isopropilato de aluminio.
20. 3) al menos 100 partes de un disolvente orgánico halogenado o no.
- 4) eventualmente hasta 60 partes de aceite o de goma plastificante, constituida por un dimetil polisiloxano lineal (B) terminado por unidades trimetilsílicos, de fórmula:
- 25.

342419

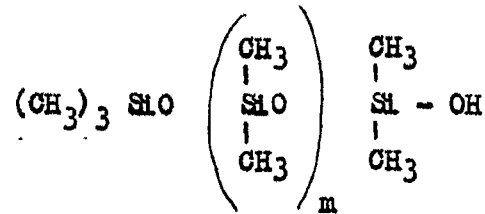


en la cual x es un número entero superior o igual a 10.

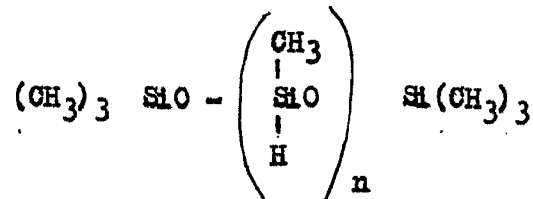
- 5) eventualmente hasta 80 partes de un estabilizante (C) como acetilacetato de etilo o acetilacetato de metilo.
- 5.

El organopolisiloxano de fórmula (A) puede ser cualquier polímero lineal o ramificado o parcialmente reticulado de empleo habitual en composiciones para hidrofugación. Entre los polímeros lineales pueden utilizarse en particular los α - (W) dihidroxidimetilpolisiloxanos de uso en las composiciones vulcanizables a temperatura ambiente o dimetilpolisiloxanos que no tengan más que un solo grupo hidróxilo de fórmula:

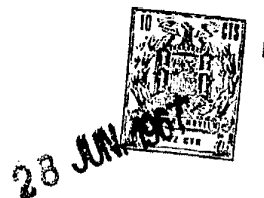
10.



- con m comprendido entre 50 y 1000, o también metilhidrógenopolisiloxanos bloqueados en cada extremo de la cadena por grupos trimetilsililos que tienen por fórmula:
- 15.



- 4 -
342419



- con n al menos igual a 15, que pueden obtenerse, como es sabido, por cohidrólisis y cocondensación de metil-diclorosilano y de trimetilclorosilano en proporción correspondiente al valor deseado para n . Con preferencia se utilizan productos resinosos formados por cohidrólisis y cocondensación de mezclas de monómeros sintetizados por el procedimiento directo, es decir, por acción de cloruro de alquilo sobre una aleación silicio/cobre. Tales mezclas, como por ejemplo, las que están constituidas por metiltriclorosilano, dimetildiclorosilano y trimetilclorosilano, conducen después de hidrólisis eventualmente en presencia de un alcohol a productos más o menos reticulados también solubles en los disolventes orgánicos, que poseen cierto porcentaje de agrupamientos hidroxil o alcoxi variable, según la forma de hidrólisis efectuada. En general, por caldeo en presencia de catalizadores adecuados, estas resinas se reticulan completamente en polímeros de elevada estabilidad térmica y de gran resistencia a los agentes químicos y atmosféricos.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- El isopropilato de aluminio, que se emplea con la dosis de 25 a 60 partes por 100 partes de organopolisiloxano (A), permite la consolidación rápida de las sustancias resinosas organosilícicas y actúan como agente de reticulación de los polímeros lineales que poseen agrupamientos reactivos.
- 25.

- Como disolventes pueden utilizarse hidrocarburos, eventualmente clorados, líquidos a la temperatura ambiente, especialmente hidrocarburos alifáticos y cicloalifáticos, halogenados o no, como heptano,
- 30.

342419 23



octano, ciclohexano, metilciclohexano, tricloroetileno, percloroetileno, e hidrocarburos aromáticos, halogenados o no, como tolueno, xileno, cumeno, clorobenceno y ortodíclorobenceno.

5. Los plastificantes (B) son productos bien conocidos. Su empleo confiere a las materias fibrosas tratadas una sensación suave al tacto y un aspecto agradable.

10. Los estabilizantes (C) protegen las composiciones hidrófugas en el curso de su almacenaje contra la acción de la humedad eventualmente introducida en el curso de la preparación o de la conservación.

15. Para preparar las composiciones del invento, el orden de adición de los reactivos no es crítico y puede realizarse sin seguir un proceso rígido, pero con preferencia se disuelve en primer lugar el isopropilato de aluminio en el disolvente a temperatura ambiente, y después se añade a esta solución el organopolisiloxano (A); eventualmente se caldea la mezcla en el momento de la adición del compuesto (A) para disolver el producto de adición que forma instantáneamente con el alcoholato. Cuando la mezcla es perfectamente homogénea, se añade eventualmente el organopolisiloxano (B) y acetilacetato de etilo o acetilacetato de metilo. Las soluciones comerciales, destinadas a ser conservadas cierto tiempo antes de su uso, son acondicionadas en recipientes estancos, en forma relativamente concentrada; una proporción de 100 a 150 partes de disolvente por 100 partes de organopolisiloxano (A) resultan generalmente apropiadas. En cambio, si se
- 20.
- 25.
- 30.

342419



- desea utilizar inmediatamente la composición en su totalidad, se incorpora en tal caso suficiente disolvente para tener aproximadamente entre 0,5 y 6 % en peso de organopolisiloxanos (A) en la solución de impregnación. Según una variante del invento, en lugar de preparar una composición única que contenga todos los reactivos, puede prepararse una composición similar, pero sin el isopropilato de aluminio y almacenar este último aparte, en solución al 10 %, por ejemplo, en el mismo disolvente que el de la composición. En el momento del empleo se añade la solución de isopropilato en cantidad calculada a la composición que contiene el organopolisiloxano (A) y se diluye a continuación si ha lugar.
- 5.
- 10.
15. Las materias fibrosas que pueden tratarse con las composiciones del invento, son numerosas y diversas, pudiendo citarse el algodón, la lana, el lino y los tejidos y fibras a base de vidrio, de poliamida, de acetato de celulosa, de poliacrilonitrilo y de
20. politereftalato de etilenglicol. Eventualmente podrían utilizarse igualmente las composiciones, según el invento, para hidrofugar el cuero, el papel, la madera.
- La hidrofugación puede realizarse según las técnicas habituales. Puede procederse por inmersión
25. del tejido en el baño de tratamiento, y a continuación escurrido, evaporación del disolvente, a la temperatura ambiente o a una temperatura superior según la naturaleza del disolvente, y caldeo para reticular los organopolisiloxanos depositados. Esta operación de
30. endurecimiento y de empalme del compuesto organosilíceo



342419

- es muy rápida, exige una temperatura que raramente sobrepasa los 150°C durante treinta minutos. Para realizar una buena hidrofugación del tejido es preciso depositar aproximadamente 0,5 g a 3 g de organo polisiloxano (A) por 100 g de tejido seco no tratado.
5. Para llegar a este resultado, es necesario hacer variar la concentración de las composiciones según la naturaleza del tejido, puesto que este último, después de escurrido, retiene una cantidad más o menos importante de la composición.
- 10.

Las composiciones del invento pueden además utilizarse en todos los aparatos modernos de "limpieza en seco" y más particularmente en los que se describen en las patentes francasas Nº 1.247.958 y 1.275.054.

15. Los ejemplos siguientes, facilitados a título no limitativo, ilustran el invento y muestran la forma en que puede ponerse en práctica:

EJEMPLO 1 -

20. Se preparan soluciones de 1,4 % en peso en el percloroetileno de cada uno de los tres polímeros organosilícicos siguientes:

Polímero A1

25. Resina a base de motivos $\text{CH}_3\text{SiO}_{1,5}$, $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ y $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{0,5}$ de R/Si = 1,5, que se presenta en forma pastosa conteniendo indicios de éter dietílico y teniendo aproximadamente 0,1 % en peso de grupos hidróxilo.

Polímero A2

30. Resina a base de motivos $\text{CH}_3\text{SiO}_{1,5}$, $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ y $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{0,5}$, respectivamente en la relación

- 8 -
342419

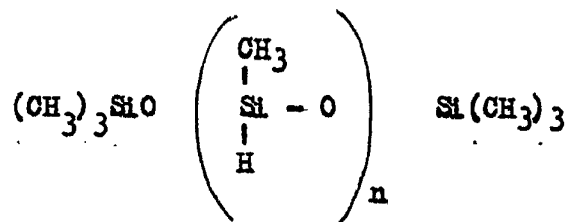


0,35/10,035 de R/Si = 1,77 de viscosidad 75 cst a 25°C y conteniendo aproximadamente 0,8 % en peso de grupos hidróxilo.

Polímero A₃

5.

Aceite de fórmula



de viscosidad 20 cst a 25°C que posee un valor medio para n sensiblemente igual a 45.

- Se prepara además una solución al 10 % en peso, en el percloroetileno, de isopropilato de aluminio, y después se añade esta solución a cada una de las soluciones de polímero A₁, A₂ y A₃, siendo tales las cantidades de solución de isopropilato añadidas que se tengan en cada baño de tratamiento 3,9 g de aluminio por 100 g de resina. Se someten a temperatura ambiente durante algunos minutos muestras de 100 g de popelín de algodón a estos diversos baños y después se escurren de forma que se dejen aproximadamente 140 g de solución tratante. Después de la evaporación del disolvente a temperatura ambiente, se lleva el tejido impregnado a 100°C durante 30 minutos para terminar la reticulación. La proporción de compuesto organosilícico de las muestras así tratadas es de 2 % en peso con relación al peso del tejido. 24 horas después de este tratamiento se determina la eficacia de la hidrofugación con ayuda de un pluviómetro, según la norma
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

342419



5. ASA L 14-61-1951. En esta prueba, cae cierto volúmen de agua desde una altura determinada en forma de lluvia sobre una superficie de tejido tendido; se evalúa a continuación el resultado obtenido por referencia a una tabla calibrada. Las notas se escalonan de 0 a 100, correspondiendo para la nota 0 a una hidrofugación nula y para la nota 100 a una hidrofugación perfecta.

10. Los resultados obtenidos con estos tres baños de tratamiento dan respectivamente para los polímeros A₁, A₂ y A₃ las notas 100, 90 y 100.

EJEMPLO 2 -

Se prepara una composición constituida por (% en peso) =

15. - resina A₂ del ejemplo 1 30,5 %
 - isopropilato de aluminio 13,55 %
 - aceite dimetilpolisiloxánico bloqueado
 por agrupamientos trimetilsililos de
 viscosidad 300 cst a 25°C 15,3 %
20. - percloroetileno 40,65 %

25. Para preparar esta composición, se mezcla en primer lugar el isopropilato con el percloroetileno, se caldea el conjunto a 100°C y, a esta temperatura, se añade la resina A₂; se deja a continuación enfriar hasta la temperatura ambiente (20°C) y finalmente se introduce el aceite dimetilpolisiloxánico. La composición así obtenida contiene 5,9 partes de aluminio en forma de isopropilato por 100 partes de resina A₂, y puede conservarse en medio cerrado o al abrigo de la humedad
30. durante numerosos meses.

342419



28 JUN 1957

Una parte de esta composición se diluye con percloroetileno a fin de tener aproximadamente 1,4 g de resina A₂ por 100 g de solución y se trata una muestra de popelín de algodón procediendo de la misma manera que en el ejemplo 1.

5.

La prueba en el pluviómetro de para la hidrofugación así realizada la nota máxima 100.

EJEMPLO 3 -

Se prepara una solución hidrófuga que comprende (% en peso) =

10.

- aceite α - W (dihidroxi) dimetilpolisiloxánico de viscosidad 5000 cst a 25°C, que contiene 0,2 % aproximadamente en peso de agrupamientos OH 35,2 %

15.

- isopropilato de aluminio 16,2 %
- percloroetileno 48,6 %

Esta solución contiene aproximadamente 6 g de aluminio en forma de isopropilato por 100 g de aceite hidroxilado. Se mezclan en primer lugar el isopropilato y el percloroetileno, caldeado a 100°C y se añade el aceite organosilícico. Se diluye a continuación la solución obtenida con percloroetileno para tener un baño de tratamiento con 1,4 % en peso de aceite dimetilpolisiloxánico hidroxilado con el cual se trata un tejido de popelín de algodón, según la técnica descrita en el ejemplo 1.

20.

25.

También aquí se obtiene una hidrofugación que, en la prueba con el pluviómetro, recibe la nota 100.

EJEMPLO 4 -

30.

En una máquina vendida por la Société d'Appli

342419



cción de Siliconas bajo la marca depositada "SILICO", que es utilizada por los tintoreros-limpiadores para la limpieza en seco y los tratamientos subsiguientes con las siliconas, se cargan 50 kg de vestidos de naturaleza variada que comprenden tejidos de algodón, paño de lana, de fibras poliamidas, poliésteres, acetato de celulosa y poliacrílicos, que han sido producidos para la ejecución de diversos trabajos industriales.

- 5. naturaleza variada que comprenden tejidos de algodón, paño de lana, de fibras poliamidas, poliésteres, acetato de celulosa y poliacrílicos, que han sido producidos para la ejecución de diversos trabajos industriales.
- 10. Se procede a la limpieza con ayuda de percloroetileno utilizando además 400 g de coadyuvante de limpieza aniónico. Después de enjuagados, se escurren los vestidos y a continuación se pulveriza sobre ellos, en 5 minutos aproximadamente, 12 litros de solución preparada por adición de 9 litros de percloroetileno a 3 litros de solución constituida por los elementos siguientes (% en peso):
 - polímero A₁ del ejemplo 1 32,35 %
 - isopropilato de aluminio 14,35 %
 - 20. - percloroetileno 43,05 %
 - goma dimetilpolisiloxánica terminada por grupos trimetilsililo, de viscosidad 5 millones de cPo a 20°C 1,85 %
 - acetilacetato de etilo ::::..... 8,4 %
- 25. Tras impregnar las prendas, se envía una corriente de aire caliente a 100-110°C durante 10 minutos, se inyecta a continuación una pequeña cantidad de vapor de agua a 100°C para acelerar la polimerización y se secan por paso de una corriente de aire caliente (100-110°C) durante 10 minutos.
- 30.

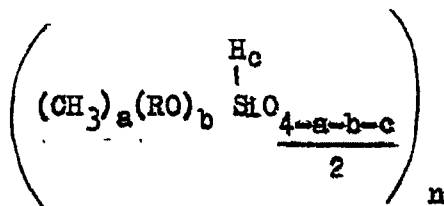
- 12 -
342419



Las prendas así tratadas presentan un carácter hidrófugo satisfactorio y una sensación suave al tacto, sedosa y agradable.

- NOTA -

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.
10. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Francia, con fecha 29 de junio de 1966, bajo el número PV. 67.493, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituya la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION HIDROFUGA"; caracterizándose por lo siguiente:
20. 1ª.- "Procedimiento para preparar una composición hidrófuga", para materias fibrosas sintéticas o naturales, caracterizado por que se mezclan 100 partes en peso de un organopolisiloxano de fórmula general medio:



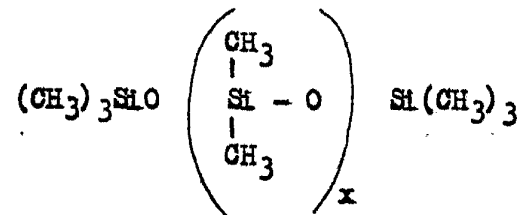
25. en la cual R representa un átomo de hidrógeno y/o un

342419

- 13 -

28 JUN 1967

- radical alifático que posee de 1 a 4 átomos de carbono, tal como metilo, etilo, propilo, butilo y a, b, c tienen un valor cualquiera, entero o no, que va para a de 0,5 a 2,5, para b de 0 a 1,1, para c de 0 a 1,5, no pudiendo b y c ser nulos simultáneamente, estando comprendida la suma a + b + c entre 0,501 y 2,7, teniendo n un valor de 10 a 500, 25 a 60 partes en peso de isopropilato de aluminio, al menos, 100 partes en peso de un disolvente orgánico halogenado o no, eventualmente, de 0 a 60 partes en peso de un dimetilpolisiloxano lineal oleoso o gomoso, terminado por unidades trimetilsililos, de fórmula:
- 5.
- 10.



- en la cual x es un número entero superior o igual a 10 y, eventualmente, de 0 a 80 partes en peso de acetilacetato de etilo o de acetilacetato de metilo.
- 15.

2ª.- "Procedimiento para preparar una composición hidrófuga"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de trece hojas, escritas a máquina por una sola cara.

20.

Madrid

RHONE-POULENC S.A.

28 JUN 1967

L. GOMEZ ACEBO y otros
P. P. Firmados E. L...