

Case 6166/E

353057



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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS COPOLIMERIZADOS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es un procedimiento para la preparación de copolimerizados que contienen:

5. a) 80 a 90 % de elementos estructurales a base de un éster de un alquilpolietilenglicol, cuyo radical alquílico contiene de 1 a 3 átomos de carbono y cuyo peso molecular medio es de 300 a 1000, y de un ácido carboxílico polimerizable insaturado etilénicamente;
10. b) 5 a 10 % de elementos estructurales de una N-metilolamida, eventualmente eterificada, de un

**POOR  
QUALITY**



ácido carboxílico polimerizable insaturado etilénicamente; y

5. c) 5 a 10 % de elementos estructurales de un compuesto polimerizable insaturado etilénicamente, que contiene a lo menos un grupo hidrosolubilizante ácido.

10. En calidad de componente a), los copolimerizados contienen de preferencia elementos estructurales de un éster a base de un metilpolietilenglicol, cuyo peso molecular medio es de 350 a 750, y de un ácido carboxílico polimerizable, insaturado etilénicamente. Entre estos ésteres, tienen particularísima importancia los ésteres como los de ácido crotónico, ácido itacónico, ácido maleico y, sobre todo, ácido metacrílico y ácido acrílico del metilpolietilenglicol. Se prefiere en especial el
15. éster metilpolietilenglicólico de ácido metacrílico cuyo metilpolietilenglicol tiene un peso molecular medio de 750.

20. En calidad de componente b) entran en cuenta en primer término los elementos estructurales de una N-metilolamida de un ácido carboxílico polimerizable insaturado etilénicamente. Son aptas, por ejemplo, las N-metilolamidas del ácido crotónico, del ácido itacónico, del ácido maleico y, sobre todo, del ácido metacrílico o, en particular, del ácido acrílico.



- En calidad de componente c), los copolimerizados contienen de preferencia elementos estructurales de un ácido sulfónico o carboxílico polimerizable, insaturado etilénicamente; por ejemplo, del ácido crotónico,
5. del ácido itacónico, del ácido maleico, del ácido estirensulfónico, y en particular del ácido acrílico, del ácido metacrílico, del ácido vinilsulfónico, de la hexahidro-1,3-diacriloil-5-sulfopropionil-s-triacina o de la hexahidro-1-acriloil-3,5-disulfopropionil-s-triacina.
10. Los nuevos copolimerizados se preparan polimerizando entre sí, en solución o emulsión acuosa y en presencia de catalizadores donadores de radicales libres:
- a) 80 a 90 % de un éster a base de un alquilpolietilenglicol, cuyo radical alquílico contiene de
15. 1 a 3 átomos de carbono y cuyo peso molecular medio es de 300 a 1000, y de un ácido carboxílico polimerizable, insaturado etilénicamente;
- b) 5 a 10 % de una N-metilólamida, eventualmente esterificada, de un ácido carboxílico polimerizable, insaturado etilénicamente; y
20. c) 5 a 10 % de un compuesto polimerizable, insaturado etilénicamente, que contiene a lo menos un grupo hidrosolubilizante ácido.
- Según la composición de la mezcla de monó-
25. meros, se obtienen con esta polimerización polímeros emulsionables en agua o solubles en agua.



En calidad de catalizadores donadores de radicales libres se emplean preferentemente peróxidos inorgánicos (por ejemplo, disulfato de peróxido potásico) en combinación con agentes reductores (por ejemplo, metabisulfito sódico).

5.

La polimerización se efectúa convenientemente a temperaturas de 40 a 80° C, y preferentemente de 50 a 60° C.

Las polimerizaciones de emulsión se efectúan con ventaja en presencia de emulgentes. Particularmente aptos son los emulgentes anionactivos, como los sulfonatos o las sales de ésteres ácidos de ácido sulfúrico con radicales alquílicos superiores.

10.

Para impedir durante la polimerización una reticulación a causa del grupo N-metilólico del componente reactivo b), es conveniente ajustar el pH de la preparación de monómeros a un índice de 5 a 7,5, y preferentemente de 6,5 a 7, por ejemplo con amoníaco o con hidróxidos alcalinos. Con esta medida se neutraliza, a lo menos en parte, el componente ácido c).

15.

20.

Las soluciones y emulsiones acuosas de los copolimerizados de este invento pueden emplearse, en concentraciones, por ejemplo, de 4 a 10 %, y preferentemente del 5 %, para el apresto de géneros textiles. En particular, estas soluciones o emulsiones sirven para

25.



- la hidrofiliación y para el acabado antiestático y repelente de la suciedad de géneros textiles, preferentemente los constituidos, a lo menos en parte, por fibras sintéticas, como poliéster, poliamida, poliacrilonitrilo, polipropileno o alcohol polivinílico. Los géneros textiles se tratan con una solución o emulsión acuosa del copolimerizado, en presencia de un donador de ácido, se secan y a continuación se fijan los polimerizados al substrato a temperaturas de 130 a 170° C, y preferentemente de 150°C.
- 5.
- 10.

- En calidad de donador de ácido están indicados, por ejemplo, el cloruro de amonio, el fluoroborato de zinc, el oxiclорuro de circonio, el nitrato de zinc, el cloruro de aluminio y, sobre todo, el cloruro de magnesio.
- 15.

El tratamiento de los géneros textiles puede realizarse, por ejemplo, por el procedimiento de fulardeo o el procedimiento de extracción.

- El acabado antiestático de los tejidos es resistente al lavado y se comporta con neutralidad respecto al tacto del tejido; es decir, el tacto no se vuelve más blando ni más duro. Por otra parte, la hidrofiliidad queda muy mejorada en comparación con el género textil no tratado, El buen acabado de repelencia a la suciedad se demuestra en que, por ejemplo, el tejido aprestado
- 20.
- 25.



no retiene después de un lavado el polvo de la calle, ni la grasa y aún antes del lavado presenta mejor protección contra el ensuciamiento por mancha de pigmentación y de contacto.

5. Los tejidos mixtos de algodón (por ejemplo, tejidos mixtos de poliéster y algodón) pueden aprestarse al mismo tiempo contra la suciedad y contra las arrugas por combinación de los copolimerizados aquí expuestos con precondensados de aminoplasto, por ejemplo.
10. En los ejemplos que siguen, las partes y los porcentajes son unidades de peso.

#### EJEMPLO 1

15. Se disuelven en 135 partes de agua 44 partes de éster metilpolietilenglicólico de ácido metacrílico (peso molecular del metilpolietilenglicol = 750), 2,5 partes de ácido metacrílico y 1 parte de sódio lauril-sulfónico. Se ajusta esta solución, con amoníaco acuoso al 25 %, a un pH de 5,5 a 7,0 y se la trata con 3,5 partes de N-metilolacrilamida. Se combina la mitad de esta solución, a 60° C, agitando e introduciendo nitrógeno, con una solución de 0,25 partes de disulfato de peróxido potásico en 5 partes de agua y una solución de 0,15 partes de metabisulfito sódico en 5 partes de
- 20.



- agua. Una vez iniciada la polimerización, se combina el resto de la solución de los monómeros con una solución de 0,25 partes de disulfato de peróxido potásico en 5 partes de agua y, en el curso de 30 minutos, se aporta la mezcla al recipiente de polimerización. Al mismo tiempo, y por separado, se instila una solución de 0,15 partes de metabisulfito sódico en 5 partes de agua. Terminada la aportación, se deja seguir la polimerización durante 3 horas a 60° C. Se obtienen unas.
- 5.
- 10.
- 203 partes de una emulsión con pH de 6,5 y un contenido de materia seca del 25 % aproximadamente, lo que corresponde a un aprovechamiento polimérico del 97 %.

#### EJEMPLO 2

- Se disuelven en 130 partes de agua 41,5 partes de éster metilpolietilenglicólico de ácido metacrílico (peso molecular del metilpolietilenglicol = 750), 2,5 partes de ácido metacrílico, 7,3 partes de una solución acuosa al 34,5 % de sulfonato sódico de vinilo, 3,5 partes de N-metilol-acrilamida y 1 parte de sodio laurilsulfónico. El pH es de 6,5 a 7,0. Un tercio de esta solución se combina, a 60° C, agitando e introduciendo nitrógeno, con una solución de 0,17 partes de disulfato de peróxido potásico en 3 partes de agua y
- 15.
- 20.



- una solución de 0,17 partes de metabisulfito sódico en 3 partes de agua. Una vez iniciada la polimerización, se combina el resto de la solución de los monómeros con una solución de 0,33 partes de disulfato de peróxido potásico en 7 partes de agua y, en el curso de 45 minutos, se aporta la mezcla al recipiente de polimerización. Al mismo tiempo, pero por separado, se instila una solución de 0,33 partes de metabisulfito sódico en 7 partes de agua. Terminada la aportación, se deja seguir la polimerización por tres horas a 60° C. Se obtienen unas 202 partes de una solución con pH de 2,6 y un contenido de materia seca del 25 % aproximadamente, lo que corresponde a un aprovechamiento polimérico del 96 %.
- 5.
- 10.

### EJEMPLO 3

15. Se disuelven en 167 partes de agua 41,5 partes de éster metilpolietilenglicólico de ácido metacrílico (peso molecular del metilpolietilenglicol = 750) y 5 partes de ácido acrílico. Se ajusta esta solución a pH de 6,5 a 7,0 con amoníaco acuoso al 25 % y
20. se combina con 3,5 partes de N-metilol-acrilamida. Un tercio de esta solución se combina, a 60° C, agitando e introduciendo nitrógeno, con una solución de 0,17 partes de disulfato de peróxido potásico en 3 par-



- tes de agua y una solución de 0,17 partes de metabisulfito sódico en 3 partes de agua. Una vez iniciada la polimerización, se combina el resto de la solución de los monómeros con una solución de 0,23 partes de disulfito de peróxido potásico en 100 partes de agua, y, en el curso de 45 minutos, se aporta la mezcla al recipiente de polimerización. Al mismo tiempo, pero por separado, se hace afluir una solución de 0,23 partes de metabisulfito sódico en 7 partes de agua. Terminada la aportación, se deja seguir la polimerización por tres horas a 60° C. Se obtienen unas 238 partes de una solución con pH de 6,5 y un contenido de materia seca del 21 % aproximadamente, lo que corresponde a un aprovechamiento polimérico del 98 %.

15. EJEMPLO 4

- Se disuelven en 167 partes de agua 40 partes de éster metilpolietilenglicólico de ácido acrílico (peso molecular del metilpolietilenglicol = 750) y 5 partes de ácido acrílico. Se ajusta esta solución a pH de 6,5 a 7,0 con amoníaco acuoso al 25 % y se la combina con 20 partes de N-metilol-acrilamida. Un tercio de esta solución se combinana 60° C, agitando e introduciendo nitrógeno, con una solución de 0,17 partes de disulfa-



- to de peróxido potásico en 3 partes de agua y una solución de 0,17 partes de metabisulfito sódico en 3 partes de agua. Una vez iniciada la polimerización, se aporta en el curso de 45 minutos el resto de la solución de los monómeros al recipiente de polimerización. Al mismo tiempo, pero por separado, se instila una solución de 0,23 partes de disulfato de peróxido potásico en 7 partes de agua y una solución de 0,23 partes de metabisulfito sódico en 7 partes de agua. Terminada la aportación,
5. se deja seguir la polimerización durante 3 horas a 60° C. Se obtienen unas 238 partes de una solución con pH de 6,5 y un contenido de materia seca del 21 % aproximadamente, lo que corresponde a un aprovechamiento polimérico del 98 %.

15. EJEMPLO 5

- Una solución de 40 partes de éster metilpolietilenglicólico de ácido metacrílico (peso molecular del metilpolietilenglicol = 750), 5 partes de N-metilacrilamida y 1 parte de sodio laurilsulfónico en
20. 142 partes de agua se mezcla con una solución de 5 partes de hexahidro-1,3-diacriloil-5-sulfopropionil-s-triacina en 25 partes de agua y, si es preciso, se ajusta el pH entre 6,5 y 7,0 con amoníaco al 25 %. Un



- tercio de esta solución se combina, a 60°C, agitando e introduciendo nitrógeno, con una solución de 0,17 partes de disulfato de peróxido potásico en 3 partes de agua y una solución de 0,17 partes de metabisulfito sódico en 3 partes de agua. Una vez iniciada la polimerización, se aporta el resto de la solución de los monómeros, en el curso de 45 minutos, al recipiente de polimerización. Al mismo tiempo se hacen afluir, de una parte, una solución de 0,23 partes de disulfato de peróxido potásico en 7 partes de agua y, de otra parte, una solución de 0,23 partes de metabisulfito sódico en 7 partes de agua. Terminada la aportación, se deja seguir la polimerización durante 3 horas a 60°C. Se ajusta, si es preciso, el pH a un índice de 6,5 a 7,0 con amoníaco acuoso al 25% y se obtienen alrededor de 237 partes de una solución con un contenido de materia seca del 21% aproximadamente, lo que corresponde a un rendimiento polimérico del 98%.

EJEMPLO 6.

20. Se mezcla una solución de 43 partes de éster metilpolietilenglicólico de ácido metacrílico (peso molecular del metilpolietilenglicol = 750), 4,5 partes de N-metilolacrilamida y 1 parte de sodio maurilsulfónico en 258 partes de agua con una solución
25. de 2,5 partes de hexahidro-1-acriloil-3,5-disulfopro-



pionil-s-triacina en 8,5 partes de agua y se somete la mezcla a polimerización por el procedimiento que se ha descrito en el ejemplo 5. Se obtienen alrededor de 330 partes de una solución con un contenido de materia seca del 15% aproximadamente, lo que corresponde a un aprovechamiento polimérico del 97%.

EJEMPLO 7.

- Se disuelven en 167 partes de agua 43 partes de éster metoxipolietilenglicólico de ácido metacrílico (peso molecular del metoxipolietilenglicol = 350), 2,5 partes de ácido acrílico y 1,25 partes de sodio lauril-sulfónico. Se ajusta esta solución a un pH de 6,5 a 7,0 con amoníaco al 25% y se la combina con 4,5 partes de N-metilol-acrilamida. Un tercio de esta solución se calienta a 60°C, mientras se agita y se insufla nitrógeno, y se le combina con una solución de 0,16 partes de disulfato de peróxido potásico en 3,5 partes de agua y una solución de 0,4 partes de metabisulfito sódico en 10 partes de agua. A continuación se aporta en el curso de 45 minutos al recipiente de polimerización el resto de la solución de monómeros y al mismo tiempo, por separado, una solución de 0,34 partes de disulfato de peróxido potásico en 6,5 partes de agua. Terminada la aportación, se deja seguir la polimerización durante 3 horas a 60°C.



Se obtienen alrededor de 230 partes de una solución con un pH de 6,5 y un contenido de materia seca del 22% aproximadamente, lo que corresponde a un aprovechamiento polimérico del 97%.

5. EJEMPLO 8.

Se obtienen soluciones de copolimerizado con propiedades semejantes si se copolimerizan, de la misma manera que se ha descrito en el ejemplo 7, las mezclas siguientes de monómeros:

10. a) 40 partes de éster metoxipoli(etilenglicólico de ácido acrílico (peso molecular del metoxipoli(etilenglicol = 750),  
5 partes de ácido malcico, y  
5 partes de N-metilol-acrilamida;
15. b) 40 partes de éster metoxipoli(etilenglicólico de ácido acrílico (peso molecular del metoxipoli(etilenglicol = 750),  
5 partes de ácido itacónico, y  
5 partes de N-metilol-acrilamida;
20. c) 45 partes de éster metoxipoli(etilenglicólico de ácido acrílico (peso molecular del metoxipoli(etilenglicol = 750)



2,5 partes de ácido acrílico, y  
2,5 partes de N-metilol-acrilamida.

EJEMPLO 9.

5. 34 partes de éster metoxipolietilenglicólico de ácido acrílico (peso molecular del metoxipolietilenglicol = 750),  
2 partes de ácido acrílico, y  
1 parte de sodio laurilsulfónico  
se disuelven en
10. 70,5 partes de agua y  
4,7 partes de alcohol isopropílico  
Se ajusta esta solución a pH 6 con amoníaco acuoso concentrado, y se la combina con
15. 4 partes de N-metilol-acrilamida.  
Una quinta parte de esta solución se diluye con  
53 partes de agua,
20. se calienta a 60°C, con agitación e insuflación de nitrógeno, y se combina con una solución de  
0,5 partes de metabisulfito sódico en  
8 partes de agua
25. y una solución de



0,08 partes de disulfato de peróxido potásico

en

1,6 partes de agua.

5. A continuación se aporta en el curso de tres horas al recipiente de polimerización el resto de la solución de monómeros y al mismo tiempo, por separado, una solución de

0,32 partes de disulfato de peróxido potásico en

6,4 partes de agua.

10.

Terminada la aportación, se deja seguir la polimerización durante 3 horas a 60°C. Destilando luego en vacío el alcohol isopropílico, se obtienen alrededor de 167 partes de una solución con un pH de 5,9 y un contenido de materia seca del 24,2%, que corresponden a un aprovechamiento polimérico del 96%.

15.

EJEMPLO 10.

20. 32 partes de éster metoxipolietilenglicólico de ácido acrílico (peso molecular del metoxipolietilenglicol = 750),

4 partes de ácido acrílico y

1 parte de sodio laurilsulfónico

se disuelven en

25,

70 partes de agua.



- Se ajusta esta solución a pH 6 con amoníaco acuoso concentrado y se la combina con
5. 4 partes de éter metílico de N-metilol-metacrilamida. Una quinta parte de esta solución se diluye con
- 53 partes de agua,
- se calienta a 60°C. con agitación e insuflación de nitrógeno, y se la combina con una solución de
10. 0,5 partes de metabisulfito sódico en
- 8 partes de agua
- y una solución de
- 0,8 partes de disulfato de peróxido potásico en
15. 1,6 partes de agua.
- A continuación se aporta en el curso de tres horas al recipiente de polimerización el resto de la solución de monómeros y
20. al mismo tiempo, por separado, una solución de
- 0,32 partes de disulfato de peróxido potásico en
- 6,4 partes de agua.
- Terminada la aportación, se deja seguir la polimerización durante tres horas.



Se obtienen alrededor de 178 partes de una solución con un pH de 6 y un contenido de materia seca del 22,5%, que corresponde a un aprovechamiento polimérico del 96%.

5. EJEMPLO 11.

Procediendo tal como se ha descrito en el ejemplo 10, se introducen como monómeros:

10. 32 partes de diéster (metoxipoli(etilenglicólico) de ácido itacónico (peso molecular del metoxipoli(etilenglicol) = 750),  
4 partes de ácido acrílico y  
4 partes de N-metilolacrilamida.

15. Se obtiene una solución de copolimerizado con propiedades semejantes a las que se han descrito en el ejemplo 10.

EJEMPLO 12.

20. Se imbiben con soluciones o emulsiones de los copolimerizados según los ejemplos 1 a 6, unos géneros de punto de poliéster. La concentración de las preparaciones de copolimerizado se ajusta de manera que, después de la expresión, quede sobre el género textil 5% del copolimerizado, en relación al peso de fibra. Las prepara-



ciones de copolimerizado contienen además 0,3% de hexahidrato de cloruro magnésico en relación al peso de fibra.

Se seca el género de punto a 80°C y a continuación se fija el copolimerizado a 150°C durante 5 minutos. Los géneros de punto así acabados muestran los efectos siguientes:

5.

a) Tacto

No hay influencia perceptible en el tacto.

10.

b) Hidrofilidad

La hidrofilidad de los géneros de punto tratados está muy mejorada respecto a los no tratados.

15.

Se sumergen en una solución de fluoresceína al 0,05% unas tiras de género de punto de 2 cm de ancho y al cabo de 10 minutos se mide la altura de elevación, la cual constituye una función de la hidrofilidad. Con esta comparación se obtuvieron los resultados siguientes:



T A B L A I

Tiras de tejido de punto trata- das con el preparado según el Ejemplo nº	Altura de elevación, en cm
5.	
Sin tratar	7
1	12
2	12,5
10. 3	13
4	12,5
5	12,5
6	12
15.	



c) Apresto antiestático

- Una medida para un buen apresto antiestático es la reducción de la carga electrostática y el período de semidescomposición del campo. Se lava por tres veces durante 20 minutos y a 40° C género de punto de poliéster, sin tratar y tratado, con una relación de líquido de 1:30, en un baño que incluye 4 g/litro de detergente confeccionado que contiene jabón y perborato sódico. Los géneros de punto se cargan luego electrostáticamente, una vez frotándolos con lana y otra vez frotánfolos con cloruro de polivinilo. Se suman los valores de medición de la carga y del período de semidescomposición del campo y se saca el término medio. En la tabla II se reseñan en porcentajes respecto al género de punto no tratado los resultados de una serie de ensayos de esta clase:
- 5.
  - 10.
  - 15.



TABLA II

	Género de punto tratado con el pre- parado según el Ejemplo nº	Carga, en %	Período de semidescom- posición del tacto, en %
5.	sin tratar	100	100
	1	30	10
	2	50	5
	3	20	5
10.	4	50	5
	5	20	10
	6	40	20

15. d) Lavabilidad de la suciedad por pigmentación y de la suciedad por contacto lipófilo

20. Después de un lavado realizado como se ha expuesto en c), los géneros de punto aprestados, a diferencia del género de punto sin tratar, no retienen el polvo de la calle depositado y dejan marchar la grasa ("lanolina") depositada.



EJEMPLO 13

Se fulardean con soluciones de los copolimerizados según los Ejemplos 7 a 11 unos géneros de punto de poliéster. La concentración de las preparaciones de copolimerizado está ajustada de modo que, después de la expresión, quede sobre el género textil 5 % del copolimerizado respecto al peso de fibra. Las preparaciones de copolimerizado contienen además 4 g/litro de hexahidrato de cloruro de magnesio como catalizador.

10. Se seca el género de punto a 80° C durante 10 minutos y a continuación se fija el copolimerizado a 150° C durante 4  $\frac{1}{2}$  minutos. Los géneros de punto así aprestados manifiestan los efectos siguientes:

a) Apresto antiestático

15. Igual que se ha descrito en el Ejemplo 12, se miden la carga electrostática y el período de semidescomposición del campo.

En la tabla III se reseñan los valores en % respecto al género de punto sin tratar.



TABLA III

Género de punto tratado con el preparado según el Ejemplo nº	Carga, en %		Período de semidescom- posición del campo, en %	
	después del apresto	después de cinco lavados	después del apresto	después de cinco lavados
5. sin tratar	100	100	100	100
7	0	55	0	5
8a	0	55	0	5
10. 8b	0	55	0	5
9	0	55	0	10
10	0	25	0	5
11	0	20	0	5

15. b) Lavabilidad de la suciedad

20. Para el ensuciamiento se emplean lanolina -  
suarda, una mezcla de lanolina-suarda/polvo de aspi-  
rador 4:1 y aceite para motores, usado . El grado de  
despreñdimiento de la suciedad se evalúa según la  
escala siguiente:



Nota 1 ningún efecto desensuciante

2 mal efecto desensuciante

3 efecto desensuciante moderado

4 buen efecto desensuciante

5. 5 muy buen efecto desensuciante

< algo menos bueno que

> algo mejor que

Las piezas de ensayo se lavan de 1 a 5 ve-

ces de la manera que se ha descrito en a). Los resul-

10. tados de estas series de ensayos están compendiados

en la tabla IV.



TABLA IV

Género de punto tratado con el preparado según el Ejemplo N°	sin tratar	7	8a	8b	9	10	11
<u>Lanolina</u>							
después del apresto	1	5	5	5	5	5	4
lavado una vez	1	5	5	5	5	5	5
lavado tres veces	1	5	5	5	5	5	5
10. lavado cinco veces	1	< 5	< 5	4	4-5	> 3	3
<u>Lanolina/polvo</u>							
después del apresto	2-3	4	< 5	< 5	5	4	> 4
lavado una vez	3	4-5	5	5	5	5	5
lavado tres veces	3-4	5	5	5	< 5	< 5	< 5
15. lavado cinco veces	2-3	4	< 5	4	4	4	4-5
<u>Aceite para motores</u>							
después del apresto	1	> 2	4	4	3-4	3	3
lavado una vez	1	> 2	4	< 4	3-4	3	3
lavado tres veces	1	2-3	4	3-4	4	4	3-4
20. lavado cinco veces	1	2-3	4-5	4	3-4	2-3	2-3



EJEMPLO 14

Se fulardean con una solución del copolimerizado según el Ejemplo 4 diversos tejidos y géneros de punto. La concentración de la solución de copolimerizado se ajusta de manera que, después de la expresión, quede sobre el género textil 5 % del copolimerizado en relación al peso de fibra. Los tejidos y géneros de punto se aprestan así procediendo según dos variantes:

5.
  - a) La solución de copolimerizado contiene 4 g de hexahidrato de cloruro magnésico por litro, como catalizador. Se seca de la manera normal y luego se condensa a 150° C durante 4½ minutos.
  10.
    - β) La solución de copolimerizado contiene 2,5 g de oxiclорuro de circonio por litro, como catalizador. Se seca de la manera normal y luego se condensa a 140° C durante 30 segundos.

Los géneros textiles así aprestados muestran los efectos siguientes:

- a) Apresto antiestático
  20. La carga electrostática y el período de semidescomposición del campo se miden como se ha descrito en el Ejemplo 12. En la tabla V se reseñan los valores en porcentajes respecto al género textil no tratado.



TABLA V

Va- rian- te	Tratamiento	Tricot de poliacrilo- nitrilo		Saten de poliamida		Tejido de polipropi- peno		Tejido de poliéster /lana		Tejido de alcohol poliviní- lico.	
		C	PSC	C	PSC	C	PSC	C	PSC	C	PSC
A	sin tratar	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	después del apresto	0	0	30	0	0	0	0	0	10	0
	lavado cin- co veces	35	5	95	35	30	0	50	10	15	5
	lavado diez veces	80	75	100	35	60	5	-	-	10	5
B	sin tratar sin tratar después del apresto	100	100	100	100	100	100	100	100 <sup>(+)</sup>	100	100
	lavado cin- co veces	30,	5	75	10	15	0	0	0	5	5
	lavado diez veces	45	45	60	25	30	0	-	-	5	5

(+ Estabilidad del efecto, ensayada mediante cinco lavados en percloroetileno.

C = carga

PSC = período de semicondensación del campo



b) Lavabilidad de la lanolina-suarda

(Procedimiento y evaluación tal como se han descrito en el Ejemplo 13)

TABLA VI

Substrato	Tratamiento	despues del apres <sub>to</sub>	lavado una vez	lavado dos veces	lavado tres veces
Satén de poliamida	sin tratar	3	5	3-4	3-4
	tratado	3-4	3-4	3-4	3-4
Género de punto trico tado de poliacrilonitrilo	sin tratar	2	2	2	-
	tratado	5	< 5	5	-
Tejido de poliéster	sin tratar	2	2	2	-
	tratado	4	4-5	4-5	-
Género de punto punto de poliéster	sin tratar	1	1	1	1
	tratado	5	5	5	5



c) Lavabilidad de lanolina-suarda/polvo de aspirador

(Procedimiento y evaluación tal como se han descrito en el Ejemplo 13)

TABLA VII

Substrato	Tratamiento	después del ap <sub>ras</sub> to	lavado una vez	lavado dos veces	lavado tres veces
Tejido de poliamida	sin tratar	1	1	1	1
	tratado	2-3	3	3	3
Tejido de poliacrilo nitrilo	sin tratar	3-4	3	3	3
	tratado	4-5	4-5	< 5	< 5
Género de punto tricotado de poliacrilonitrilo	sin tratar	1	1	1-2	1-2
	tratado	3	3-4	< 3	3-4
Tejido de poliéster	sin tratar	2	3	< 2	3-4
	tratado	4	> 4	4	4-5
Género de punto de poliéster	sin tratar	1	1	1	1
	tratado	3	3	3	3



EJEMPLO 15

Procediendo igual que en el Ejemplo 14, se fulardea un género de punto de poliéster con una solución del copolimerizado según el Ejemplo 4. En este fulardeo, se varían los catalizadores donadores de ácido y las condiciones de condensación de la manera siguiente:

- a) 6 g/litro de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  /  $4\frac{1}{2}$  minutos a  $150^\circ \text{C}$
- b) 3 g/litro de  $\text{AlCl}_3$  /  $4\frac{1}{2}$  minutos a  $150^\circ \text{C}$
10. c) 4 g/litro de  $\text{Zn}(\text{BF}_4)_2$  /  $4\frac{1}{2}$  minutos a  $150^\circ \text{C}$
- d) 2,5 g/nitro de  $\text{ZrOCl}_2$  / 30 segundos a  $150^\circ \text{C}$ .

Se miden la carga electrostática y el período de semidescomposición del campo igual que se ha descrito en el Ejemplo 12. Los valores están reseñados en la tabla VIII, en porcentajes respecto al género de punto no tratado.



TABLA VIII

Tratamiento	Carga electrostática, en %				Período de semidescomposición del campo, en %			
	des-pues del apresto	lavado una vez	lavado tres veces	lavado cinco veces	des-pues del apresto	lavado una vez	lavado tres veces	lavado cinco veces
sin tratar	100	100	100	100	100	100	100	100
a)	0	10	25	60	0	0	0	5
b)	5	35	70	75	0	5	4	10
c)	0	55	80	60	0	0	4	30
d)	0	50	70	90	0	0	4	20

EJEMPLO 16

15. Se apresta al mismo tiempo contra las arrugas y con repelencia a la suciedad un tejido mixto de poliéster y algodón, para lo cual se le fulardea con la solución siguiente:
20. 120 g/litro de 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-2-imidazolina,
- 80 g/litro de copolimerizado según el Ejemplo 4,
- 15 g/litro de sal sódica del éster monoctadecílico de ácido ftálico y
25. 12 g/litro de  $MgCl_2 \cdot 6 H_2O$ .



La absorción de líquido es del 60 %. Se seca el tejido a 120° C durante 2 minutos y a continuación se condensa a 150° C durante 4  $\frac{1}{2}$  minutos.

5. El tejido mixto de poliéster y algodón adquiere, además del apresto contra las arrugas, un apresto que mejora considerablemente la lavabilidad de la suciedad y que reduce mucho el rearrastre de suciedad suspendida en el líquido de lavado.

10. La 1,3-dimetilol-4,5-dihidroxi-2-imidazolidona puede reemplazarse también con resultado igualmente bueno por otros precondensados de aminoplasto aptos para el apresto contra las arrugas, como por ejemplo metilol-melaminas o dimetilolurea.



## 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. 5831/67 del 24.4.67 y 3766/68 del 14.3.68, existiendo en ellas unidad de invención.

1. Procedimiento para la preparación de nuevos copolimerizados, caracterizado por polimerizarse entre sí, en solución o emulsión acuosas, en presencia de catalizadores donadores de radicales libres:

10. a) 80 a 90 % de un éster a base de un alquilpolietilenglicol, cuyo radical alquílico contiene de 1 a 3 átomos de carbono y cuyo peso molecular medio es de 300 a 1000, y de un ácido carboxílico polimerizable, insaturado etilénicamente,
15. b) 5 a 10% de una N-metilolamida, eventualmente eterificada, de un ácido carboxílico polimerizable, insaturado etilénicamente, y
- c) 5 a 10 % de un compuesto polimerizable, insatura-



do etilénicamente, que contiene a lo menos un po hidrosolubilizante ácido.

5. 2. Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente b) 5 a 10 % de una N-metilolamida de un ácido carboxílico polimerizable, insaturado etilénicamente.

10. 3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse como componente a) 80 a 90 % de un éster a base de un metilpolietilenglicol, cuyo peso molecular medio es de 350 a 750, y de un ácido carboxílico polimerizable, insaturado etilénicamente.

15. 4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por emplearse como componente a) 80 a 80 % de un éster a base de un metilpolietilenglicol, cuyo peso molecular medio es de 350 a 750, y de ácido acrílico o metacrílico.

20. 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado por emplearse como componente b) 5 a 10 % de una N-metilolamida del ácido acrílico o metacrílico.

6. Procedimiento según una de las reivindi-



caciones 2 a 5, caracterizado por emplearse como componente c) 5 a 10 % de un ácido carboxílico o sulfónico polimerizable, insaturado etilénicamente.

5. 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 6, caracterizado por emplearse como componente c) 5 a 10 % de ácido acrílico, de ácido metacrílico, de ácido vinilsulfónico, de hexahidro-1,3-diacriloil-5-sulfopropionil-s-triacina o de hexahidro-1-acriloil-3,5-disulfopropionil-s-triacina.
10. 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 7, caracterizado por emplearse como catalizadores peróxidos inorgánicos en combinación con agentes reductores.
15. 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 8, caracterizado por efectuarse la polimerización a temperaturas de 40 a 80° C, y preferentemente de 50 a 60° C.
20. 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 9, caracterizado por pilimerizarse con índices de pH de 5 a 7,5, y preferentemente de 6,5 a 7,0.



11. Procedimiento para la preparacion de nuevos copolimerizados.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 36 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid a 23 de Abril de 1968

p.a.

JAIMÉ IGERS