



268275

CAS 6483/E

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION - C.	
CLASE <u>C-08</u>	<u>D-06</u>
SUB CLASE <u>G</u>	<u>C</u>

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES DE CATALIZADORES DEL ENDURECIMIENTO PARA POLISILOXANOS", a favor de la firma suiza CIBA Soci t  Anonyme, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Conocido es el aprestamiento de materiales textiles, y en particular tejido de algod n, vali ndose de preparaciones acuosas que contienen: a) polisiloxanos, b) catalizadores de endurecimiento y, eventualmente,

5. c) aminoplastos. Estas preparaciones acuosas son dispersiones, pues los polisiloxanos (aceites de silicona) y muchas de las sales met licas empleadas como catalizadores del endurecimiento, en particular el octoato de zinc, frecuentemente empleado, no son solubles en agua. Sin

10. embargo, es esencial que las materias no disueltas presen-

POOR QUALITY



tes en las preparaciones acuosas se hallen en división fina y homogénea y que este estado pueda lograrse de la manera más sencilla y segura. Este problema se resuelve de manera ventajosa con el invento aquí expuesto, por

5. la preparación de soluciones límpidas y estables de los catalizadores del endurecimiento.

Objeto de este invento son por lo tanto soluciones de catalizadores del endurecimiento para polisiloxanos, caracterizadas por contener:

10.

- a) una sal de zinc, de cadmio, de titanio o de circonio de un ácido carboxílico difícilmente soluble en agua,

15.

- b) una sal alquilbencensulfónica de un metal del primer grupo principal, del segundo grupo principal, del segundo grupo secundario, del tercer grupo principal, del cuarto grupo principal o del cuarto grupo secundario del sistema periódico, en la que el peso atómico del metal sea a lo sumo de 138 y el radical alquílico o los radicales alquílicos en total contengan 8 átomos de carbono a lo menos,

20.

25.

- c) un compuesto polietilenglicólico soluble en agua que contenga por molécula 18 a 80 grupos $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$ y a lo menos un radical hidrófobo de un compuesto orgánico, que se haya originado por desdoblamiento



de un átomo de hidrógeno reactivo, y

- d) un hidrocarburo aromático líquido, eventualmente halogenado, con un peso molecular de 134 a lo sumo.

- De conveniencia, las soluciones contienen, respecto al peso de solución, 13 a 67 % del componente a), 1 a 15 % de los componentes b) y c) juntos y 18 a 84 % del componente d), con la relación ponderal de b):c) 2:1 a 2:3, y preferentemente 1:1.

10. En el caso del componente a), se trata preferentemente de sales de zinc o de circonio.

- Pueden ser sales de los más diversos ácidos carboxílicos de difícil solubilidad en agua, es decir, solubles a lo sumo en el 4 %. Entran en cuenta, por ejemplo, las sales de ácidos alquilarilcarboxílicos, de ácidos aralquil- o ariloxialquil-carboxílicos, de ácidos alquilen-carboxílicos de peso molecular alto (pero, en particular, ácidos grasos, saturados o insaturados, de peso molecular alto, es decir, con 6 a lo menos y 22 a lo sumo átomos de carbono) y también de respectivos ácidos alquilcarboxílicos con radicales alquílicos ramificados. Se emplean con ventaja las sales de zinc o de circonio de ácidos carboxílicos que todavía son líquidos a 20° C. Como ejemplos de ácidos cuyas sales de circonio, o en particular de zinc, pueden utilizarse en el procedimiento aquí expuesto cabe señalar
- 15.
- 20.
- 25.



los siguientes:

- ácido caprónico,
- ácido enántico,
- ácido caprílico,
- 5. ácido pelargónico,
- ácido láurico,
- ácido mirístico,
- ácido palmítico,
- ácido esteárico,
- 10. ácido behénico,
- ácido 2-etilhexánico,
- ácido oleico,
- ácido undecilénico,
- ácido linólico,
- 15. ácido linolénico,
- ácido adípico,
- ácido suberínico,
- ácido sebácico,
- ácido 4-tercibutil-benzoico,
- 20. ácido fenilacético y
- ácido fenoxiacético.

Se ha revelado como particularmente apta la sal de zinc del ácido 2-etilhexánico, designada la mayoría de las veces como "octoato de zinc" para abreviar.

25.



Justo con una sal de zinc, de cadmio, de titanio y/o de circonio del tipo que se ha indicado puede emplearse una sal estánnica de un ácido carboxílico, la cual puede derivarse de los ácidos citados antes o también de otros; por ejemplo, diacetato de dilauril-estaño, óxido de dilauril-estaño o diacetato de dibutil-estaño.

La sal alquilbencensulfónica (= componente b) puede contener uno o más radicales alquílicos; pero el número total de los átomos de carbono alquílico debe ser siempre de 8 a lo menos. Se emplean de preferencia como componente b) los compuestos que contienen un solo radical alquílico con 8 a 18, en particular 11 a 13 y preferentemente 12 átomos de carbono. Sin embargo, también es posible emplear sulfonatos de alquilbenceno que contengan dos o hasta tres radicales alquílicos, como, por ejemplo, dos radicales butílicos o tres radicales propílicos. De preferencia se emplean como componente b) las sales alquilbencensulfónicas de un metal del segundo grupo principal, del segundo grupo secundario, del tercer grupo principal, del cuarto grupo principal o del cuarto grupo secundario del sistema periódico.

Particularmente aptas como componente b) son las sales de los metales del segundo grupo principal del sistema periódico con un peso atómico de 138 a lo sumo, o



sea de bario, estroncio, magnesio y, preferentemente, calcio.

Pero además de estos metales preferidos entran también en cuenta los metales del segundo grupo secundario

5. (por ejemplo, zinc y cadmio), del tercer grupo principal (por ejemplo, aluminio), del cuarto grupo principal (por ejemplo, estaño) o del cuarto grupo secundario (por ejemplo, titanio y circonio). Asimismo tienen muy buena aptitud las sales de los metales del primer grupo principal
10. (como, por ejemplo, litio, sodio o potasio).

Se ha destacado como componente b) preferido la sal cálcica de un ácido dodecibencensulfónico.

15. En el caso del componente c) se trata por lo general de productos de la reacción de óxido de etileno con compuestos orgánicos que presentan a lo menos un átomo de hidrógeno reactivo y un radical hidrófobo. Pero también entran en consideración los productos de la reacción de compuestos polietilenglicólicos respectivos con compuestos orgánicos del tipo que se ha indicado.
- 20.

25. El componente c) contiene con ventaja, como radical hidrófobo, a lo menos un radical originado por desdoblamiento de un átomo de hidrógeno de un grupo hidroxílico, mercáptico, carboxílico, carboxiamídico o amínico de un compuesto orgánico. El compuesto orgánico con el



átomo de hidrógeno reactivo del radical hidrófobo es pues, por ejemplo, un alcohol, un tioalcohol, un fenol, un tiofenol, un ácido carboxílico, una amida carboxílica o una amina. Los alquifenoles y en particular un dibutilfenol, dan muy buen resultado. No obstante, pueden introducirse también otros compuestos orgánicos del tipo que se ha indicado; por ejemplo, el nonilfenol, los alquiltiofenoles, el alcohol estearílico; el alcohol oleílico, el ácido esteárico, la hidroxietilamida de ácido esteárico, la octadecenilamina, la octadecilamina, la araquilamina y la behenilamina.

Un componente c) particularmente valioso se caracteriza por constituir un compuesto polietilenglicólico soluble en agua que contiene, por mol, de 30 a 50 grupos $-CH_2CH_2-O-$ y a lo menos un radical fenoxílico, eventualmente substituido con grupos alquílicos. Entre estos compuestos se ha destacado como sumamente ventajoso un compuesto polietilenglicólico soluble en agua que contiene por molécula 30 grupos $-CH_2CH_2-O-$ y un radical tributil-fenoxílico.

Para la preparación de las soluciones de este invento se necesitan como componente d) disolventes. De preferencia se emplean como tales los hidrocarburos aromáticos líquidos de la serie bencénica (como el benceno)



o alquilbencenos con 1 a 4 átomos de carbono alquílicos (como, por ejemplo, el tolueno, el xileno o la 1,2,3,4-tetrahidronaftalina).

5. Las soluciones pueden prepararse de manera sencilla mezclando entre sí los componentes a), b), c) y d) con buena agitación. Se originan así soluciones limpi- das, que en frascos cerrados se conservan muy bien por mucho tiempo.

10. Para componer preparaciones acuosas destinadas al apresto de géneros textiles, se juntan las soluciones de catalizador del endurecimiento con emulsiones acuosas de organopolisiloxanos.

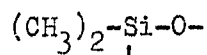
15. La solución de catalizador del endurecimiento se emulsiona así, convirtiéndose en una emulsión extremadamente fina, por ejemplo en una emulsión en la que el 50 % de las partículas tienen un diámetro inferior a 1,2 micras, el 96 % un diámetro inferior a 4 micras y únicamente el 1,6 % un diámetro superior a 8 micras.

20. Una emulsión fina de esta índole es importante para asegurar una distribución homogénea del catalizador sobre el sustrato que se haya de tratar. No se llegan por tanto a formar manchas.

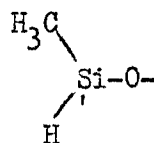
25. Las emulsiones acuosas de polisiloxano pueden



contener los organopolisiloxanos líquidos conocidos, por ejemplo los que tienen grupos



5. los que tienen grupos



10. mezclas de ambos tipos anteriores y los del tipo que presenta en la misma molécula las dos agrupaciones anteriores. Sobre todo entran en cuenta los polisiloxanos de metilo-hidrógeno citados poco antes, preferentemente los que están bloqueados terminalmente por grupos metílicos cuya viscosidad a 25° C es de 10 a 700 centipoises. Los polisiloxanos pueden estar emulsionados en agua con ayuda de emulgentes conocidos (como alcohol polivinílico o productos de la reacción de óxido de etileno y ácidos grasos superiores, alcoholes grasos, amidas de ácido graso o ésteres de ácido graso) y, de conveniencia, listos en forma de emulsiones generatrices concentradas, estables, que se diluyen antes del uso hasta la concentración de empleo.

15.

20.

25. Las preparaciones acuosas que contienen una emulsión acuosa de un organopolisiloxano líquido y una solución de un catalizador del endurecimiento del tipo



- que se ha indicado sirven principalmente para aprestar materiales fibrosos, como papel o géneros textiles, por ejemplo los de celulosa regenerada (como la seda artificial o la lana celulósica), de celulosa natural (como el algodón), de lana y de fibras sintéticas. Preferentemente se aprestan con ellas mezclas fibrosas de lana o fibras de celulosa (como algodón, seda artificial de viscosa o lana celulósica) con fibras sintéticas (como poliéster, poliamida o poliacrilonitrilo), pero particularmente tejidos mixtos o hilados mixtos de algodón y poliéster.
- 5.
- 10.

- Las preparaciones pueden aplicarse al material textil (de conveniencia en forma de piezas, como tejidos, géneros de punto o fieltro) de manera usual, ya conocida (por ejemplo, mediante rociadura, extensión o sumersión). Se actúa con ventaja con un fular de construcción corriente, procediendo de manera que por la expresión lá absorción de polisiloxano esté ajustada constantemente al valor indicado de 0,2 a 5 %. Para ello se recomienda un secado previo en condiciones que no produzcan todavía endurecimiento importante. Las temperaturas de secado pueden hallarse, por ejemplo, entre 50 y 140° C; en el límite inferior de temperatura no se produce prácticamente todavía ningún endurecimiento, aún con el largo tiempo de secado que aquí se necesita, y lo mismo ocurre en el límite superior, pues en este caso bastan tiempos breves de
- 15.
- 20.
- 25.



- secado, del orden de segundos. Por último, el verdadero tratamiento térmico se efectúa con aportación de mucho aire, de conveniencia a temperatura de 90 a 180° C y durante 20 minutos a 1 minutos. Si se quiere, las preparaciones acuosas pueden contener todavía otros aditivos; por ejemplo, condensados previos de aminoplasto, como un compuesto metilólico de melamina, eventualmente esterificado por grupos metílicos, compuestos insustituídos o sustituidos de etilenurea, de propilenurea, de glioxalmonoureina o de urea o un producto de tal índole modificado por grupos alquílicos superiores. Estos aditivos de condensado previo aminoplástico pueden servir, por ejemplo, para el apresto simultáneo contra el arrugamiento.

- Las cantidades de los diversos componentes en la preparación acuosa pueden oscilar dentro de amplios límites. Por ejemplo, la cantidad de polisiloxano es de 0,2 a 5 % respecto al material textil que se haya de aprestar. De las sales de zinc, de cadmio, de titanio o de circonio se introducen de conveniencia 1 a 25 % respecto a la cantidad de polisiloxano.

- Los tejidos que se impregnan con preparaciones acuosas que contienen una emulsión de un organopolisiloxano y una solución de un catalizador del endurecimiento del tipo que se ha indicado se distinguen por escaso poder de rehumectación. Estas preparaciones acuosas tienen además



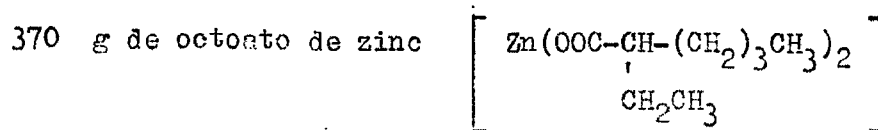
la ventaja de que no forman espuma en el fulardeo. Sobre los substratos, y en particular sobre los géneros textiles, aprestados con estas preparaciones acuosas se logran excelentes efectos de hidrofobia.

5. Los baños que además de las preparaciones acuosas contienen todavía precondensados aminoplásticos y sus catalizadores de endurecimiento, se distinguen por buena estabilidad.

10. En tanto no se advierta otra cosa, en los ejemplos que siguen las partes significan partes en peso y los porcentajes significan porcentajes en peso.

EJEMPLO 1

15. A la temperatura ambiente se mezclan entre sí, agitando bien y durante 30 minutos:



20. 30 g de una solución de calcio dodecilsulfónico (solución al 70 % en isobutanol)
- 20 g de producto de condensación de 1 mol de tributil fenol con 30 moles de óxido de etileno (previamente fundido a 60° C) y
25. 280 g de tolueno.



Se origina una solución límpida.

- Con 75 g de una emulsión acuosa de polisiloxano que contiene 38 % de metilhidropolisiloxano lineal, bloqueado terminalmente por grupos metílicos, y 6 g de la solución anterior de octoato de zinc, así como la cantidad necesaria de agua, se prepara un baño de 1000 cc. Con este baño se impregna por dos veces en el fular un tejido mixto de algodón y fibras de poliéster, con un efecto de expresión del 50 %, y luego se le seca a 80° C durante 30 minutos. A continuación se somete el tejido durante 4½ minutos a una temperatura de 100° C. El tejido así tratado es hidrófugo y conserva esta propiedad aun después de lavados repetidos.

15. EJEMPLO 2

En la tabla que sigue se describen soluciones de catalizador que contienen diversos emulgentes no ionógenos.

20. 70 g de preparado de catalizador contienen
35,2 g de octoato de zinc según el Ejemplo 1,
26,3 g de tolueno,
3,5 g de agua,
3,0 g de sal cálcica según el Ejemplo 1 y
25. 2 g de un emulgente no ionógeno, obtenido por adición de:



- 2.1. 20 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol
hidroabietílico
- 2.2. 25 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol
hidroabietílico
5. 2.3. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol
hidroabietílico
- 2.4. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una mezcla
1:1 de alcohol
estearílico y alcohol palmítico
10. 2.5. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de nonilfenol
- 2.6. 35 moles de óxido de etileno a 1 mol de nonilfenol
- 2.7. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de 2,4,6-
tri-tercibutil-fenol
- 2.8. 35 moles de óxido de etileno a 1 mol de 2,4,6-
tri-tercibutil-fenol
15. 2.9. 25 moles de óxido de etileno a 1 mol de etanola-
mida de ácido esteárico
- 2.10. 25 moles de óxido de etileno a 1 mol de etanolamida
de ácido oleico
20. 2.11. 40 moles de óxido de etileno a 1 mol de ácido oleico
- 2.12. 20 moles de óxido de etileno a 1 mol de hidroabietil-
amina
- 2.13. 40 moles de óxido de etileno a 1 mol de hidroabietil-
amina
25. 2.14. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de octadecilamina



- 2.15. 40 moles de óxido de etileno a 1 mol de octadecilamina
- 2.16. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de amina de
aceite de pescado¹⁾
- 2.17. 70 moles de óxido de etileno a 1 mol de amina de
aceite de pescado¹⁾
5. 2.18. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de una amina
técnica que contiene 90% de araquilamina
y behenilamina.

10. Todas estas mezclas son soluciones límpidas,
que se emulsionan por sí solas al ser vertidas en agua
y que aplicadas según el Ejemplo 1 dan buenos índices de
hidrofobia.

1) Amina de aceite de pescado:

15. 30 % de palmitilamina
40 % de estearilamina
20 % de araquilamina y
10 % de behenilamina.

20. EJEMPLO 3

En la tabla que sigue se exponen soluciones
de catalizador que contienen los emulgentes en proporción
distinta a la que se ha expuesto en el Ejemplo 2.

25. 70 g de preparado de catalizador contienen:



- 35,2 g de octoato de zinc según el Ejemplo 1,
26,3 g de tolueno,
3,5 g de agua,
5. y g de sal cálcica del ácido dodecilbencensulfónico según el Ejemplo 1 y
x g de emulgente no ionógeno.
10. 3.1. 3,5 g de sal cálcica
1,5 g de producto de adición de 35 moles de
óxido de etileno a 2,4,6-tri-tercibutilfenol
3.2. 2,75 g de sal cálcica
2,25 g de producto de adición de 35 moles de óxi-
do de etileno a 2,4,6-tri-tercibutilfenol
3.3. 3,5 g de sal cálcica
15. 1,5 g de producto de adición de 30 moles de óxi-
do de etileno a una mezcla 1:1 de alcohol es-
tearílico y alcohol palmitílico
20. 3.4. 3,5 g de sal cálcica
1,5 g de producto de adición de 30 moles de
óxido de etileno a nonilfenol
3.5. 2,5 g de sal cálcica
2,5 g de producto de adición de 30 moles de óxi-
do de etileno a nonilfenol.
25. Todas estas mezclas son soluciones lípidas,
que al ser vertidas en agua se emulsionan por sí solas



y que empleadas según el Ejemplo 1 dan buenos efectos de hidrofobia.

EJEMPLO 4

5. En la tabla que sigue se exponen soluciones de catalizador que contienen los diversos emulgentes no ionógenos en mezcla con sodio dodecilsulfónico, solución al 70 % en isobutanol.
10. 70 g de solución de catalizador contienen:
35,2 g de octoato de zinc,
26,3 g de tolueno,
3,5 g de agua,
3,0 g de solución de sal sódica al 70% y
15. 2 g de un emulgente no ionógeno que es un producto de adición de:
- 4.1. 20 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol hidroabietílico
- 4.2. 25 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol hidroabietílico
20. 4.3. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de alcohol estearílico/alcohol palmítico (1:1)
- 4.4. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de nonilfenol
- 4.5. 35 moles de óxido de etileno a 1 mol de 2,4,6-tercibutil-fenol
- 25.



- 4.6. 40 moles de óxido de etileno a 1 mol de ácido oleico
- 4.7. 40 moles de óxido de etileno a 1 mol de hidroabietil-
amina o
- 4.8. 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de amina de
aceite de pescado (véase el
Ejemplo 2)

5.

Todas estas mezclas son soluciones lípidas que al ser vertidas en agua se emulsionan por sí solas y que empleadas según el Ejemplo 1 dan buenos efectos de hidrofobia.

10.

EJEMPLO 5

En la tabla que sigue se exponen soluciones de catalizador que contienen diversas sales alquilbencen-sulfónicas.

15.

70 g de solución de catalizador contienen:

35,2 g de octoato de zinc,

26,3 g de tolueno,

20. 3,5 g de agua,

2 g de un producto de adición de 35 moles de óxido de etileno a 1 mol de 2,4,6-tri-tercibutil-fenol y

3,0 g de solución de sulfonato al 70 % en isobutanol.

25.



- 5.1. potasio dodecilbencensulfónico
- 5.2. magnesio dodecilbencensulfónico
- 5.3. estroncio dodecilbencensulfónico
- 5.4. bario dodecilbencensulfónico
- 5.5. zinc dodecilbencensulfónico
- 5.6. cadmio dodecilbencensulfónico
- 5.7. aluminio dodecilbencensulfónico
- 5.8. titanilo dodecilbencensulfónico
- 5.9. circonilo dodecilbencensulfónico
- 5.10. estaño dodecilbencensulfónico
- 5.11. sodio undecilbencensulfónico
- 5.12. sodio tridecilbencensulfónico

Todas estas mezclas son soluciones lípidas, que se emulsionan por sí solas al ser vertidas en agua y que, empleadas según el Ejemplo 1, dan buenos efectos de hidrofobia.

EJEMPLO 6

En 70 g de solución de catalizador que contienen:

- 35,2 g de octoato de zinc,
- 26,3 g de tolueno,
- 3,5 g de agua,
- 3,0 g de sal cálcica según el Ejemplo 1 y
- 0,2 g de un producto de adición de 35 moles de óxido de etileno a 1 mol de 2,4,6-tri-terci



butil-fenol,

5. se reemplaza el tolueno por una cantidad igual de xileno, de etilbenceno, de benceno, de 4-isopropiltolueno o de tetralina, con lo que se originan siempre soluciones lípidas, que al ser vertidas en agua se emulsionan por sí solas y dan emulsiones coloidales. Empleándolas según el Ejemplo 1, se logran con estas soluciones de catalizador buenos efectos de hidrofobia.

10. EJEMPLO 7

15. Se distribuyen en 992 g de agua 8 g de la solución de catalizador según el Ejemplo 6, que contiene tolueno, Se origina una emulsión que se examina con el aparato Coulter Counter (marca registrada de la Coulter Electronics Ltd., de St. Albans, Inglaterra) para averiguar el número y el tamaño de las partículas

20.	<u>Diámetro de las partículas:</u>	menos de 1,2 micras	menos de 4 micras	de 4 a 8 micras	8 micras y más
		50 %	96 %	2,4 %	1,6 %

25. Este examen demuestra que con esta solución del Ejemplo 7 se obtienen emulsiones muy finas.



EJEMPLO 8

5. Se preparan soluciones de catalizador de la composición siguiente:

Cada 70 g de solución de catalizador contienen:

3,0 g de una solución al 70 % de calcio dodecilben-
censulfónico de cadena ramificada

10. 2,0 g de un producto de adición de 35 moles de óxido de etileno a 1 mol de 2,4,6-tri-tercibutil-
fenol,

como catalizador las sales metálicas indicadas en la tabla que sigue y como disolvente la cantidad indicada de tolueno.

15.

Nº	Sal metálica		gramos de tolueno	
	Designación	Cantidad en gramos		
20.	8.1	di-2-etilhexoato de circonio	32,4	32,6
	8.2	di-2-etilhexoato de cadmio	37,4	27,6
	8.3	di-octoato de diacetato de titanio	41,5	23,5
	8.4	di-octoato dibutílico de titanio	27,5	37,6
	8.5	di-octoato de zinc	31,6	29,7
25.		dihidrato de dicloruro de estaño II	3,7	
	8.6	dilaurato dibutílico de estaño	33,1	31,9
	8.7	diacetato dibutílico de estano	39,2	25,8
	8.8	di-octoato de estaño	24,7	40,3



Estas soluciones de catalizador 8.1 a 8.8 se emplean en los baños de impregnación A a I según el Ejemplo 1, reemplazando los 6 gramos de solución de octoato de zinc por:

5.

10.

15.

20.

25.

A	7,2 g de una solución de catalizador en tolueno según el Ejemplo 6	0,81 g de solución de sal de estaño 8.6
B	7,2 g de una solución de catalizador en tolueno según el Ejemplo 6	0,38 g de solución de sal de estaño 8.7
C	7,2 g de una solución de catalizador en tolueno según el Ejemplo 6	0,70 g de solución de sal de estaño 8.8
D	7,2 g de una solución de catalizador en tolueno según el Ejemplo 6	0,92 g de solución de sal de titanio 8.4
E	7,0 g de la solución de catalizador 8.1	
F	5,0 g de la solución de catalizador 8.2	
G	11,85 g de la solución de catalizador 8.3	
H	17,8 g de la solución de catalizador 8.4	
I	6,67 g de la solución de catalizador 8.5	



Los tejidos mixtos de poliéster y algodón aprestados con estos baños de impregnación de la misma manera que se ha descrito en el Ejemplo 1 muestran buen efecto repulsor del agua, que se conserva aun después de una limpieza química con percloroetileno.

5.

EJEMPLO 9

Procediendo de manera análoga a la del Ejemplo 1 se aprestan muestras limpias de tejido de poliamida, de poliéster, de poliacrílico, de lana, de fibra regenerada de celulosa y de algodón con una emulsión de silicona al 38 %, empleando la preparación acuosa del Ejemplo 1, que contiene por litro 30 g de emulsión de silicona y 12 g de solución de catalizador.

10.

15.

Tabla

Tejido:	Poliamida	Poliéster	Poliacrílico	Lana	Regenerado de celulosa	Algodón
Prueba de rociamiento						
% de absorción de agua:						
sin lavar	2	2,3	5,4	2,4	8	7
limpiado en seco	4	3	7	6	9	9

20.

25.



De esta tabla se desprende que sobre todos los materiales textiles se obtienen buenos efectos de hidrofobia.

Prueba de rociadura:

5. Se prenden por ambos extremos con 2 pinzas de 95 g de peso unas muestras de tejido de 25 cm de longitud, que se han pesado, y se colocan sobre dos varillas. Luego se las riega con 500 cc de agua, se quitan de las muestras de tejido las gotas adheridas y se pesan las muestras humedecidas.
10. Como medida del efecto hidrofobante, se expresa en porcentaje del peso en seco del tejido el aumento de peso.

EJEMPLO 10

15. Se preparan de manera análoga a la del Ejemplo 9 unos baños de impregnación, que sin embargo contienen complementariamente 240 g de un agente contra el arrugamiento (dinetilol-4,5-dihidroxi-imidazolidona-2) al 45 % y, como catalizador del endurecimiento para este último, hexahidrato de tricloruro de aluminio.
- 20.



5.	Emulsión de silicona al 38% según el Ejemplo 1 Solución de catalizador según el Ejemplo 1 Dinetilol-4,5-dihidroxiimidazolidona-2 $\text{Al Cl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$	60 g/l 12 g/l 240 g/l 5 g/l
10.	Estabilidad del baño: al cabo de 1 hora al cabo de 2 horas al cabo de 6 horas	perfecta perfecta perfecta
15.	Tejido mixto de poliéster y algodón aprestado como en el Ejemplo 1 da	buena hidrofo- bación y ausen- cia de arruga- miento

EJEMPLO 11

20. Por el procedimiento de inmersión se tratan con baños de impregnación según la tabla que sigue trozos de papel de pergamino y de papel de embalaje de 10 cm^2 , durante 10 minutos, y a continuación se seca.



	Papel de pergamino	Papel de embalaje
Emulsión de silicona según el Ejemplo 1	g/l 0 50 100	0 50 100
5. Solución de catalizador según el Ejemplo 1	g/l 0 5 10	0 5 10
Solución de resina de éter dimetílico de pentametilol-melamina al 60 %	g/l 0 50 100	0 50 100
10. Absorción de agua: Prueba de rociadura ¹⁾ : g de agua	1,57 0,13 0,24	1,43 0,65 0,31

1) Ejemplos con 100 cc de agua.



N O T A

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de las demandas de patentes suizas núms.

8828/68 del 13 de Junio de 1.968 y del 5 de

5. Mayo de 1.969.

1.- Procedimiento para la preparación de soluciones de catalizadores del endurecimiento para polisiloxanos, caracterizado porque se agitan conjuntamente hasta originar una solución límpida:

10.

a) una sal de zinc, de cadmio, de titanio o de circonio de un ácido carboxílico difícilmente soluble en agua,

15.

b) una sal alquilbencensulfónica de un metal del primer grupo principal, del segundo grupo principal, del segundo grupo secundario, del tercer grupo principal, del cuarto grupo principal o del cuarto grupo secundario del sistema periódico, en la que el peso atómico del metal sea a lo sumo de 138 y el radical alquílico o los radicales alquílicos en total contengan 8 átomos de carbono a lo menos,

20.

c) un compuesto polietilenglicólico soluble en agua que contenga por molécula 18 a 80 grupos $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$



y a lo menos un radical hidrófobo de un compuesto orgánico, que se haya originado por desdoblamiento de un átomo de hidrógeno reactivo, y

5. d) un hidrocarburo aromático líquido, eventualmente halogenado, con un peso molecular de 134 a lo sumo.

2.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se agitan conjuntamente hasta originar una solución límpida:

10. a) una sal de zinc o de circonio de un ácido carboxílico difícilmente soluble en agua,
- b) una sal alquibencensulfónica de un metal del segundo grupo principal, del segundo grupo secundario, del tercer grupo principal, del cuarto grupo principal o del cuarto grupo secundario del sistema periódico, en la que el peso atómico del metal sea a lo sumo de 138 y el radical alquílico o los radicales alquílicos en total contengan 8 átomos de carbono a lo menos,
15. c) un compuesto polietilenglicólico soluble en agua que contenga un radical hidrófobo de un compuesto orgánico, que se haya originado por desdoblamiento de un átomo de hidrógeno reactivo, y
20. d) un hidrocarburo aromático líquido, eventualmente
- 25.



halogenado, con un punto de ebullición de 165^o.C a lo sumo.

5. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por comprender, respecto al peso de la solución, 15 a 67 % del componente a), 1 a 15 % de los componentes b) y c) juntos y 18 a 84 % del componente d), con la relación ponderal de b):c) 2:1 a 2:3.
10. 4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente a) consiste en una sal de zinc o de circonio de un ácido carboxílico líquido a 20^o C y difícilmente soluble en agua.
15. 5.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente a) consiste en una sal de zinc o de circonio de un ácido graso con 6 a 22 átomos de carbono.
20. 6.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente b) contiene un solo radical alquílico con 8 a 18, y preferentemente 12, átomos de carbono.
25. 7.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente b) consiste en la sal de un metal del segundo grupo principal.
- 8.- Procedimiento según las reivindicaciones



6 y 7, caracterizado en que el componente b) consiste en la sal cálcica de un ácido dodecibencensulfónico.

5. 9.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente c) contiene a lo menos un radical hidrófobo, que se ha originado por desdoblamiento de un átomo de hidrógeno de un grupo hidroxílico, mercáptico, carboxílico, carboxiamídico o amínico de un compuesto orgánico.

10. 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado en que el componente c) consiste en un compuesto polietilenglicólico soluble en agua, que contiene por molécula 30 a 50 grupos $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$ y a lo menos un radical fenoxílico, eventualmente substituido con grupos alquílicos.

15. 11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado en que el componente c) consiste en un compuesto polietilenglicólico soluble en agua que contiene por molécula 30 grupos $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$ y un radical dibutilfenoxílico.

20. 12.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente d) consiste en un hidrocarburo aromático líquido de la serie bencénica.

25. 13.- Procedimiento según la reivindicación 12,



caracterizado en que el componente d) consiste en tolueno o xileno.

14.- Procedimiento para la preparación de soluciones de catalizadores del endurecimiento para polisiloxanos.

5.

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

Madrid, a 12 de Junio de 1.969

p. a.

JAIIME MERRN
p. p.