

Case 6662/E

375892



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

SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE <u>D-06</u>
SUBCLASE <u>A</u>

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

= . =

#### MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento son emulsiones acuosas con un contenido total de materia seca de 10 a 40 % en peso, caracterizadas por contener, respecto al peso en seco de los componentes a) a d):

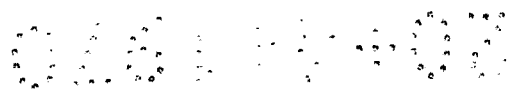
5. a) 17 a 86 %, a lo menos, de un producto de reacción de una metilolaminotriacina con ácidos grasos superiores, amidas de ácidos grasos superiores y/o alcoholes superiores;
10. b) 8 a 77 %, a lo menos, de una materia cérica hidrófoba, soluble en el componente a);
- c) 0,7 a 14 %, a lo menos, de un compuesto polieti-

375892



- lenglicólico no ionógeno, soluble en agua, que contiene por molécula 6 a 200 grupos  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$  y a lo menos un radical hidrófobo de un compuesto orgánico que se ha originado por desdoblamiento de un átomo de hidrógeno reactivo; y
5. d) 0,4 a 13 %, a lo menos, de una sal alquilbencensulfónica de un catión metálico incoloro, en la que el radical alquílico o los radicales alquílicos contienen en total 8 átomos de carbono a lo menos,
10. y por ser el contenido de los componentes a) y b) juntos de 85 a 96 % y el de los componentes c) y d) juntos de 4,5 a 15 % respecto al peso en seco.

- En calidad de componentes a) entran en cuenta
15. particularmente las metilolaminotriacinas esterificadas con ácidos grasos superiores y/o eterificadas con alcoholes superiores, Se emplean así, por ejemplo, derivados de la formoguanamina, acetoguanamina o benzoguanamina, pero preferentemente de la melamina. Los grupos metilólicos de
20. estos compuestos están esterificados con ácidos grasos superiores que contienen a lo menos 12 átomos de carbono o eterificados con alcoholes superiores, o sea alcanoles que contienen a lo menos 12 átomos de carbono. Además de los grupos metilólicos así degradados, los compuestos triacínicos contienen todavía ventajosamente grupos metilólicos
25. eterificados con alcanoles que contienen 4 átomos de



375892



- carbono a lo sumo, como butanol, isopropanol o, en particular, metanol. Normalmente es recomendable que los grupos metilólicos presentes estén ulteriormente substituidos en el 75 % a lo menos de la manera que se ha indicado, y
5. más precisamente esterificados en el 15 a 50 % con ácidos grasos superiores o eterificados con alcoholes superiores. Como ejemplos de radicales acílicos superiores cabe señalar sobre todo los de los ácidos grasos con 12 a 24
10. átomos de carbono, en los que los radicales no necesitan estar unificados, por ejemplo, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico o ácido esteárico. Particularmente aptos son los ésteres obtenibles de éteres metilolmelamínicos y ácido esteárico, sobre todo los que se forman por reacción de metilolmelamina de metilación alta
15. con adición esteárico, para lo cual es utilizable, con resultado prácticamente igual que con el ácido esteárico puro, el llamado ácido esteárico técnico, de la calidad corriente en el comercio. Como ejemplos de alcoholes superiores con 12 a 24 átomos de carbono cabe mencionar el
20. alcohol láurico, el alcohol mirístico, el alcohol palmítico, el alcohol esteárico o el alcohol aráquico, y tampoco aquí los radicales necesitan estar unificados y pueden emplearse igualmente alcoholes grasos técnicos. En ocasiones la cadena molecular del alcohol superior puede estar
25. interrumpida por átomos de nitrógeno, o sea que en lugar de los alcoholes propiamente dichos pueden emplearse también metilolamidas de ácido graso como agentes eterifi-

375892



- cantes para la preparación del componente a). En calidad de ácidos grasos entran aquí en cuenta los mismos que se indican para la acilación. Un ejemplo de ello es la metilolamida de ácido esteárico. Las amidas de ácido graso, aptas igualmente para la reacción con una metilolaminotriacina, se derivan de los mismos ácidos grasos empleados para la esterificación.
- 5.

- En calidad de substancia b) pueden emplearse los agentes hidrofobantes céreos conocidos, como, por ejemplo, la cera de abejas y en particular las parafinas, cuyo punto de fusión se halla con ventaja entre 45 y 70° C más o menos. Por substancia cérea se entiende normalmente una materia hidrófoba fusible, que puede deformarse plásticamente y tiene superficie lisa y rayable.
- 10.

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

- Particular interés ofrecen los compuestos polietilenglicólicos solubles en agua que contienen por molécula de 8 a 100, preferentemente 9 a 80, en particular 12 a 60 e incluso sólo 20 a 50 grupos  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ .
- 25.



375892

- El componente c) contiene con ventaja, como radical hidrófobo, a lo menos un radical que se haya 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 y el radical hidrófobo consiste pues, por ejemplo, en un alcohol, un tioalcohol, un fenol, un tiofenol, un ácido carboxílico, una amida carboxílica o una amina. Dan muy buen resultado los alquifenoles, en particular un tributilfenol. Pero también pueden utilizarse otros compuestos orgánicos del tipo indicado; por ejemplo, nonilfenol, di-tercibutil-p-cresol, alquil-fenoles, alcohol esteárico, alcohol oleico, ácido esteárico, hidroxietilamida de ácido esteárico, estearilemina, oleilamina, hidroabietilamina o alcohol hidroabietílico.
- 5.
- 10.
- 15.

- Componentes c) particularmente valiosos son los compuestos polietilenglicólicos solubles en agua que contienen por molécula de 20 a 50 grupos  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$  y a lo menos un radical fenoxílico, eventualmente substituído con grupos alquílicos. Entre estos compuestos se ha destacado como especialmente ventajoso un compuesto polietilenglicólico soluble en agua que contiene por molécula 30 grupos  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$  y un radical tributilfenoxílico.
- 20.

25. En calidad de componente d) se emplea con preferencia una sal alquibencensulfónica de un catión metá-

375892



lico incoloro de un metal de los grupos Ia, IIa, IIb, IIIa, IVa o IVb del sistema periódico. Las sales alquilbencensulfónicas de litio, potasio, sodio, cesio, magnesio, calcio, bario, zinc, cadmio, aluminio, estaño, plomo, circonio o titanio han demostrado ser aquí particularmente aptas. El componente d) contiene con ventaja un sólo radical alquílico con 8 a 18, y preferentemente 12, átomos de carbono.

De particular interés han resultado ser aquí las sales sódicas, potásicas o en particular cálcicas de un ácido dodecibencensulfónico. El radical alquílico o el radical dodecílico puede en este caso estar ramificado o no. Por lo general, en el caso del ácido dodecibencensulfónico, se trata, o bien de radicales n-dodecílicos, o bien de radicales ramificados obtenidos por reacción de tetrapropileno con benceno y sulfonación y neutralización consecutivas.

De preferencia, los componentes a) a d) se emplean de modo que las emulsiones acuosas contengan, respecto al peso en seco de los componentes a) a d):

34 a 48 % del componente a),  
48 a 58 % del componente b),  
1,8 a 11 % del componente c) y  
1,3 a 9 % del componente d),  
el contenido de los componentes a) y b) juntos sea de 85

375892



a 96 % y el contenido de los componentes c) y d) juntos sea de 4,5 a 15 % respecto al peso en seco. Las emulsiones acuosas son, según el contenido, fluidas (10 a 35 %) o viscosas (35 a 40 %).

5. Para la preparación de las emulsiones se procede ventajosamente añadiendo en primer término, a la cantidad necesaria de agua, las materias c) y d), de solubilidad genuina o coloidal en agua, así como eventualmente, para evitar un pH demasiado bajo y por tanto un endurecimiento prematuro, una pequeña cantidad de una base (por ejemplo, hidróxido alcalino, como el hidróxido sódico o potásico), y agregando luego a temperatura elevada, consecutivamente o, de preferencia, juntos (en forma de una fusión caliente), los componentes a) y b).
- 10.
15. Por medio de un agitador eficaz o de otro dispositivo apropiado, debe procurarse la homogeneización inmediata del respectivo sistema bifásico. El calor se aporta convenientemente de modo que la temperatura de la emulsión se halle cerca del punto de ebullición pero no lo alcance.
20. Durante el proceso de emulsión, o particularmente después de éste, pueden añadirse todavía otras materias (por ejemplo, desespumantes).

25. Para el uso, se diluye la emulsión con agua fría o caliente y se agrega un catalizador del endurecimiento, de modo que el baño resultante presente un contenido de materia seca de 1 a 18 % en peso.

375892



- En calidad de catalizador del endurecimiento para el compuesto metilólico a) pueden emplearse los endurecedores aminoplásticos conocidos que son ácidos o potencialmente ácidos; por ejemplo, sales amónicas de ácidos fuertes, como sulfocianuro o cloruro de amonio, nitrato de zinc, cloruro de zinc, fluoroborato de zinc, cloruro de magnesio, ácido clorhídrico, ácido fosfórico o ácido fórmico. Especialmente ventajosas resultan las sales de aluminio; por ejemplo, el cloruro de aluminio o, en particular, el sulfato de aluminio. De conveniencia, el catalizador del endurecimiento se emplea en cantidades de 1 a 5 % respecto al peso de materia seca del baño de tratamiento.
- 5.
- 10.

- Los baños así preparados por dilución de las emulsiones acuosas y adición de un catalizador del endurecimiento sirven para producir sobre los materiales de fibra un apresto repulsor del agua sólido al lavado, para lo cual se trata el material de fibra con estos baños acuosos, que ahora presentan un contenido de materia seca de 1 a 18 % en peso.
- 15.

- El tratamiento del material de fibra (por ejemplo, algodón o fibras de celulosa regenerada) con los baños de la composición que se ha indicado puede realizarse a la temperatura ambiente o con temperatura ligeramente elevada (por ejemplo, 15 a 30° C), utilizando los dispositivos conocidos usuales, de conveniencia por impregnación en el fular. El incremento de peso es con ventaja
- 20.
- 25.

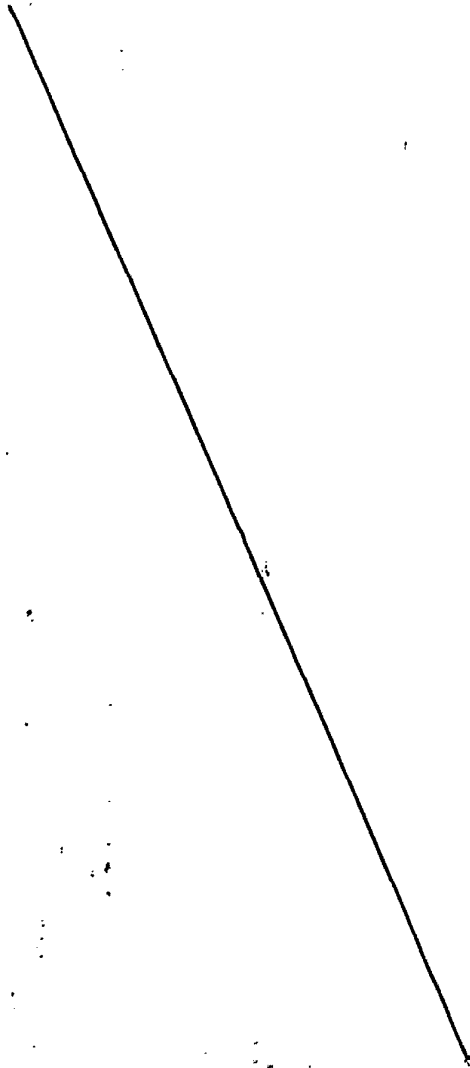
375892



de 60 a 100 %.

5. El material de fibra así impregnado puede secarse primeramente, por ejemplo a la temperatura ambiente o a temperatura de 60 a 100° C, antes de someterlo a un tratamiento térmico, por ejemplo de 120 a 180° C por 20 a 1 minutos.

Los aprestos obtenibles por el procedimiento aquí expuesto confieren a los materiales de fibra buena capacidad de repulsión del agua y son sólidos al lavado.





375892

Ejemplo 1

Formulación para preparar una emulsión

5. Se describe, utilizando los datos de las recopilaciones que siguen y las tablas I a IV, la preparación de 100 g de una emulsión.

10. En un recipiente caldeable provisto de mecanismo agitador de hélice cuyo número de revoluciones puede regularse de manera continua, se depositan s g de sulfonato de alquilbenceno (= componente d) y e g del componente c), se diluye con 32 g de agua y se calienta hasta 95° C.

15. En esta solución acuosa de sulfonato y emulgente se vierte una fusión homogénea, caliente a unos 120° C, de m g de un producto de condensación M (= componente a), cuya preparación se describe más adelante, y p g de parafina (= componente b) y se agita con número creciente de revoluciones hasta que se forma una emulsión, mientras se cuida, regulando el calentamiento externo, que la emulsión no empiece a hervir. Se origina una emulsión que  
20. seguidamente se diluye con 10 g de agua de más de 80° C, con poca velocidad del agitador. Esta emulsión algo más diluída se centrifuga una vez más con número elevado de revoluciones y luego, con bajo número de revoluciones, se agita con 11 a 25 g de agua de más de 80° C, para que  
25. se originen 100 g de emulsión, que se deja enfriar por

375892



reposo. La emulsión preparada por este procedimiento puede diluirse con agua fría o caliente y muestra las propiedades que se reseñan en los ejemplos que siguen.

5. Los productos de condensación M (resinas melamínicas esterificadas M I a M V, resinas melamínicas esterificadas M VI a MX y resinas melamínicas esterificadas y esterificadas M XI a M XII) se preparan así:

M I:

10. 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 %. Al cabo de 10 minutos el compuesto metilólico está disuelto. Se agita inmediatamente la solución con unas 160 partes de carbonato sódico anhidro,
15. hasta que da reacción neutra al papel de tornasol. Se separa por filtración la sal precipitada, se concentra la solución en vacío hasta un jarabe del 98 % a lo menos y se elimina por filtración en caliente la sal que ahora se ha precipitado adicionalmente, 100 partes de este éter
20. metílico de metilolmelamina se calientan a temperatura de 190 a 200° C y en vacío de 10 a 200 mm de Hg con 130 partes de ácido esteárico, hasta que el índice de acidez es de 5 a 8 todavía.

375892



M II:

5. En vacío de 25 a 30 mm de presión de mercurio se calientan a temperatura de 195 a 200° C 390 g (1 mol) del éter metílico de metilolmelamina que se ha descrito en M I con 270 g (1 mol) de ácido esteárico técnico, hasta que el índice de acidez es de 2 a 3 todavía, lo cual se presenta después de tres horas de calentamiento.

M III:

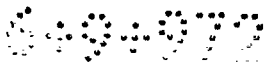
10. En vacío de 25 a 30 mm de presión de mercurio, se calientan a temperatura de 195 a 200° C 390 g (1 mol) del éter metílico de metilolmelamina que se ha descrito en M I con 242 g (1 mol) de ácido mirístico, hasta que el índice de acidez es de 2 a 3 todavía.

M IV:

15. En vacío de 25 a 30 mm de presión de mercurio se calientan a temperatura de 160 a 165° C 350 g de éster de ácido esteárico según M I (que contiene alrededor de 0,475 moles de melamina) y 67,5 g (0,25 moles) de ácido esteárico, hasta que el índice de acidez es de 3 a 4 todavía, lo cual se presenta al cabo de 3 horas de calentamiento.
- 20.

M V:

Se suspenden en 175 g (2,36 moles) de isobutanol 25 g (0,2 moles) de melamina y 46,2 g (1,5 moles) de pa-



375892



- raformaldehído al 97,5 % y se calienta esta suspensión a 100° C con 134 g (0,5 moles) de una mezcla 1 : 1 de ácido palmítico y ácido esteárico, agitando y por 10 minutos. En 100 minutos más, se calienta de 100° C a 160° C,
5. con lo que se obtiene ya 151 g de destilado. Luego se calienta por 5 horas más a temperaturas de 160 a 163° C y en vacío de 30 a 50 mm de presión de mercurio el contenido del matraz, con lo que se obtienen otros 63 g de destilado. Durante este tiempo la materia reaccional se vuelve viscosa, pero sin gelarse. Una muestra de ella manifiesta un índice de acidez de 14,2. La condensación se termina por enfriamiento del matraz. Se obtiene una masa cérea, que es límpidamente soluble en benceno.
- 10.

M VI:

15. En vacío de 30 a 35 mm de presión de mercurio y agitando, se calientan a temperatura de 195 a 200° C, durante 4 horas, 195 g (1/2 mol) del éter metílico de metilolmelamina descrito en M I con 155 g de un alcohol araquílico sintético. Después del enfriamiento se obtiene una masa tenaz, que es límpidamente soluble en benceno.
- 20.

M VII:

25. En vacío de 30 mm de presión de mercurio, 250 g (1/2 mol) de una solución al 75 % en butanol de un éter butílico de hexametilolmelamina con unos 2 a 3 grupos

375892



butílicos se calientan a 120° C y durante una hora con 155 g de un alcohol aralquílico sintético, lo que hace que se destile butanol. Prosiguiendo el calentamiento por 8 horas, se obtiene, después del enfriamiento, una masa tenaz y de color amarillo pálido, que es límpidamente soluble en benceno.

5.

M VIII:

En vacío de 30 a 35 mm de presión de mercurio y agitando, se calientan a temperatura de 195 a 200° C, durante 6 horas, 195 g (1/2 mol) del éter metílico de metilolmelamina descrito en M I con 105 g (1/2 mol) de alcohol mirístico. Se obtiene una masa muy viscosa, casi incolora, que es límpidamente soluble en benceno y en parafina.

10.

M IX:

252 g (0,5 moles) de una solución al 80 % (índice de viscosidad a 25° C = 35 centipoises) en butanol de un éter butílico de hexametilolmelamina poco viscoso y con unos 2 grupos butílicos se condensan con 186 g de un alcohol aralquílico sintético, en vacío de 30 mm de presión de mercurio y a temperatura de 120 a 125° C, durante 90 minutos. Se obtienen 368 g de una masa semejante a vaselina, de color amarillo pálido (a 20° C) y que es límpidamente soluble en parafina caliente, pero insoluble en acetona. La mezcla reaccional primitiva, no conden-

15.

20.

25.

15 -  
375892



sada , es insoluble en parafina, pero límpidamente soluble en acetona. El producto de la reacción muestra a 60<sup>o</sup> C un índice de viscosidad de 890 centipoises.

M X:

5. De la misma manera que se ha descrito en M IX, puede prepararse un producto de condensación análogo con 134 g (0,5 moles) de alcohol graso técnico que contiene 63 % de alcohol palmítico, 30 a 35 % de alcohol esteárico y pequeñas cantidades de alcohol láurico y alcohol mirístico. Se obtienen 294 g de una masa cérea incolora que en caliente es límpidamente soluble en benceno lo mismo que en parafina.
- 10.

M XI:

15. En vacío de 25 a 30 mm de presión de mercurio se calientan a temperatura de 160 a 165<sup>o</sup> C, durante tres horas, 350 g de éster esteárico según M I (que contiene alrededor de 0,475 moles de melamina) y 92,5 g (0,25 moles) de un alcohol araquílico sintético. Se obtienen 432 g de una masa cérea de color amarillo pálido, que en caliente es límpidamente soluble en parafina lo mismo que en benceno. Índice de acidez de una muestra = 3,2.
- 20.

M XII:

De la misma manera que se ha descrito en M XI puede prepararse un producto de condensación análogo con



375892



TABLA I

Emulsión N°	Cantidad <u>m</u>	Producto de condensación M
1.1	15	M I
1.2	10	M II
1.3	15	M II
1.4	15	M III
5. 1.5	15	M IV
1.6	15	M V
1.7	15	M VI
1.8	15	M VII
1.9	15	M VIII
10. 1.10	15	M IX
1.11	15	M X
1.12	15	M XI
1.13	15	M XII

6-8-72

375892



Las emulsiones acuosas 1.14 a 1.27 tienen las composiciones siguientes:

TABLA II

Emulsión Nº	Componentes, en g				
	d)	c)	b)	a)	
	Ca dodecilben- censulfónico	E I - E XIII	Parafina de 60-62º C	M I	M IX
5. 1.14	4	3	20	-	20
1.15	2	1,5	20	-	20
10. 1.16	1.05	1,13	15	15	-
bis					
1.27					

Los componentes c) (E I a E XIII) tienen las composiciones siguientes:

15.

TABLA III

Emulsión Nº	Componente c)		
	E	Productos de adición de x moles de óxido de etileno a 1 mol de:	
20. 1.14	I	30	Tributilfenol
1.15	I	30	Tributilfenol
1.16	II	50	Tributilfenol
1.17	III	18	Tributilfenol
1.18	IV	15	Alcohol hidroabiético

375892



TABLA III (continuación)

Emulsión Nº.	Componente c)		
	E	Productos de adición de $x$ moles de óxido de etileno	a 1 mol de:
1.19	V	30	Nonilfenol
1.20	VI	80	Nonilfenol
1.21	VII	15	Di-tercibutil-p- -cresol
1.22	VIII	35	Alcohol esteárico
1.23	IX	80	Alcohol oleico
1.24	X	40	Estearilamina
1.25	XI	80	Hidroabietilamina
1.26	XII	80	Oleilamina
1.27	XIII	30	Mezcla de 10 % de estearilamina, 55 % de araquilamina y 35 % de behenilami- na



Las emulsiones acuosas 1.28 a 1.46 tienen las composiciones siguientes:

Componente d)

TABLA IV

5.	Emulsión Nº	Componente d)		
		Nº de d)	Cantidad, g	Composición
	1.28	I	1,5	Ba dodecilbencensulfónico
	1.29	II	1,5	Zn dodecilbencensulfónico
	1.30	III	1,5	Cd dodecilbencensulfónico
10.	1.31	IV	1,5	Pb dodecilbencensulfónico
	1.32	V	1,5	Mg dodecilbencensulfónico
	1.33	VI	1,5	Zr dodecilbencensulfónico
	1.34	VII	1,5	Al dodecilbencensulfónico
	1.35	VIII	1,5	Sn dodecilbencensulfónico
15.	1.36	IX	1,5	Ti dodecilbencensulfónico
	1.37	X	1,5	Na dodecilbencensulfónico
	1.38	XI	1,5	K dodecilbencensulfónico
	1.39	XII	1,5	Li dodecilbencensulfónico
	1.40	XIII	1,5	Cs dodecilbencensulfónico
20.	1.41	XIV	1,5	Ca n-undecilbencensulfónico
	1.42	XV	1,5	Na n-undecilbencensulfónico
	1.43	XVI	1,5	Ca n-dodecilbencensulfónico
	1.44	X	1,5	Na n-dodecilbencensulfónico
	1.45	XVII	0,75	Na dodecilbencensulfónico
25.	1.46	XVII	0,375	Na dodecilbencensulfónico



375892

Componente c) : cada vez 1,13 g de E I

Componente b) : cada vez 20 g de una parafina con punto de fusión de 60 a 62º C

Componente a) : cada vez 10 g de M I

Ejemplo 2

5.

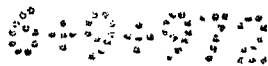
Igual que se ha descrito en el Ejemplo 1, a partir de 10 g del componente a), 20 g del componente b), 1,13 g del componente c) y 1,5 g de calcio dodecibencensulfónico (Componente d) se preparan las emulsiones 2.1 a 2.11.

10.

Estas emulsiones contienen los componentes a), b) y c) siguientes:

TABLA V

Emulsión Nº	Componentes			
	a)	b)	c)	
15.	2.1	M I	Parafina de 50 - 52º C	E I
	2.2	M I	Parafina de 69 - 71º C	E I
	2.3	M I	Cera de abejas	E I
	2.4	M I	Parafina de 60 - 62º C	E XIV
	2.5	M I	Parafina de 60 - 62º C	E XV
20.	2.6	M I	Parafina de 60 - 62º C	E XVI
	2.7	M I	Parafina de 60 - 62º C	E XVII
	2.8	M I	Parafina de 60 - 62º C	E XVIII
	2.9	M I	Parafina de 60 - 62º C	E I
	2.10	M XIII	Parafina de 60 - 62º C	E I
25.	2.11	M XIV	Parafina de 60 - 62º C	E I



375892



El producto de condensación M XIII se prepara así:

250 g (0,15 moles) de una solución al 75 % en n-butanol de un éter n-butílico de hexametilolmelamina con unos 2 a 3 grupos n-butílicos se calientan a 120° C con 162 g de alcohol behenílico, en vacío de 30 mm de presión de mercurio y durante una hora, lo que hace que se destile n-butanol. Se prosigue el calentamiento por 8 horas y, después de enfriar, se obtiene una masa tenaz, amarillenta, que es límpidamente soluble en benceno.

5.

El producto de condensación M XIV se prepara como el producto de condensación M VIII, pero empleando amida de ácido esteárico en lugar de alcohol mirístico.

10.

Los componentes E XIV a E XVIII tienen la composición siguiente:

15.

TABLA VI

20.

E Nº	Componente c), producto de adición de	
	<u>x</u> moles de óxido de etileno	a 1 mol de
XIV	9	Dodecilmercaptano
XV	9	Nonilfenol
XVI	40	Acido oleico
XVII	25	Amida de ácido oleico
XVIII	25	Amida de ácido esteárico

375892

Ejemplo 3

- 90 g de una emulsión preparada según el Ejemplo 1 se diluyen con agua a la temperatura del ambiente, con adición de ácido acético al 40 % hasta pH de 5, de modo que, después de agregar 20 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 el fular una tira de gabardina de algodón, de modo que la absorción de líquido de impregnación sea del 70 %. Después de secar a 80° C, se endurece a 150° C durante 5 minutos. Se obtiene un material con apresto repulsor del agua.
- 5.
- 10.

Con la prueba de rociado se determinan las propiedades hidrófobas del tejido a base de la capacidad de absorción de agua después de breve rociadura:

15. Se sujetan por ambos extremos con 2 grapas de 95 g de peso muestras de tejido pesadas, de 25 cm de longitud, y se las coloca sobre dos varillas. Luego se las riega con 500 cc de agua, se les quitan las gotas adheridas y se pesan las muestras húmedas. El incremento de peso, como medida del efecto hidrofobante, se expresa en porcentaje del tejido seco.
- 20.



375892

TABLA VII

Emulsión		Porcentaje de absorción de agua		
Nº	g/l de baño	tejido no lavado	Tejido lavado hirviendo en máquina lavadora	
5.	1.1	90	3	3
	1.2	90	3	3
	1.3	90	4	5
	1.4	90	6	9
	1.5	90	4	4
	1.6	90	4	4
	1.7	90	4	4
10.	1.8	90	2	8
	1.9	90	7	9
	1.10	90	3	2
	1.11	90	4	4
	1.12	90	3	2
15.	1.13	90	4	4
	1.14	90	2	2
	1.15	90	2	2
	1.18	90	3	4
	1.27	90	3	3
20.	1.28	120	2	8
	1.29	120	1	8
	1.30	120	2	8

375892



TABLA VII (continuación)

Emulsión		Porcentaje de absorción de agua		
Nº	g/l de baño	tejido no lavado	Tejido lavado hirviendo en máquina lavadora	
5.	1.31	120	2	12
	1.32	120	2	6
	1.33	120	2	8
	1.34	120	2	8
	1.35	120	2	8
	1.36	120	2	5
10.	1.37	120	2	10
	1.38	120	2	9
	1.39	120	3	9
	1.40	120	2	9
	1.41	120	2	10
15.	1.42	120	2	8
	1.43	120	2	9
	1.44	120	2	4
	1.45	120	2	6
	1.46	120	2	5
20.	tejido sin tratar	120	120	

375892



Ejemplo 4

Igual que se ha descrito en el Ejemplo 3 se apresta con las emulsiones del Ejemplo 2 tejido de algodón, lo que da los resultados siguientes:

TABLA VIII

Emulsión		Porcentaje de absorción de agua		
Nº	g/l de baño	tejido sin lavar	tejido lavado a 60º C en máquina lavadora	
5.	2.1	163	3	22
	2.2	163	5	9
	2.3	163	19	39
	2.4	163	4	6
10.	2.5	163	4	8
	2.6	163	3	8
	2.7	163	3	7
	2.8	163	3	5
	2.9	163	3	4
15.	2.10	163	4	9

De manera análoga se apresta también un tejido de viscosa, lo que da el resultado siguiente:

	2.9	163	11	6
20.	Tejido de algodón sin tratar		120	120
	Tejido de viscosa sin tratar		130	130

375892

Ejemplo 5

Igual que se ha descrito en el Ejemplo 3, se presenta tejido de algodón, pero empleando, en lugar de los 20 g de solución de sulfato de aluminio al 20 % allí indicados, los catalizadores que se reseñan en la tabla que sigue:

5.

TABLA IX

Emulsión		Porcentaje de absorción de agua				
Nº	g/l de baño	Catalizador del endurecimiento: g/l de baño	Tejido sin lavar	Tejido lavado a 60º en máquina lavadora		
	2.9	180	$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$	3	3	4
	2.9	180	$AlCl_3 \cdot 6H_2O$	2	3	4
10.	2.9	180	$NH_4Cl$	3	3	7
	2.9	180	$ZnCl_2$	5	2	7
	2.9	180	$MgCl_2 \cdot 6H_2O$	11	3	5
	2.9	180	$H_3PO_4$	10	2	9
	2.11	180	$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$	3	3	2
15.	Tejido sin tratar			120	120	

375.892



REIVINDICACIONES

=====

Descrito el objeto de la invención se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones con prioridad patentes suizas núms. 1202/69 del 27.1.69 y 18716/69 del 16.12.69.

1. Procedimiento para producir sobre materiales de fibra un apresto repulsor del agua sólido al lavado, caracterizado por tratarse el material de fibra en un baño acuoso con un contenido de materia seca de 1 a 18 % en peso, el cual contiene, respecto al peso en seco de los componentes a) a d) del baño:
  5. a) 17 a 86 %, a lo menos, de un producto de reacción de una metilolaminotriacina con ácidos grasos superiores, amidas de ácidos grasos superiores y/o alcoholes superiores;
  10. b) 8 a 77 %, a lo menos, de una materia cérea hidrófoba, soluble en el componente a);
  15. c) 0,7 a 14 %, a lo menos, de un compuesto polietilenglicólico no ionógeno, soluble en agua, que contiene por molécula 6 a 200 grupos  $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$  y a lo menos un radical hidrófobo de un compuesto orgánico que se ha originado por desdoblamiento
  - 20.

375892



- de un átomo de hidrógeno reactivo;
5. d) 0,4 a 13 %, a lo menos, de una sal alquilbencen-sulfónica de un catión metálico incoloro, en la que el radical alquílico o los radicales alquílicos contienen en total 8 átomos de carbono a lo menos; y
- e) un catalizador del endurecimiento, a lo menos, y por ser el contenido de los componentes a) y b) juntos de 85 a 96 % y el de los componentes c) y d) juntos de 4,5 a 15 % respecto al peso en seco.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse baños en los que el componente a) está constituido por una metilolaminotriacina eterificada con ácidos grasos superiores y/o alcoholes superiores.
15. 3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse baños en los que el componente a) consiste en una metilolmelamina que está esterificada con ácidos grasos y/o eterificada con alcoholes que contienen a lo menos 12 átomos de carbono cada uno.
20. 4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por emplearse baños en los que el componente a) consiste en una metilolmelamina que está esterificada con ácidos grasos y/o eterificada con alcanoles que contienen cada uno de 12 a 24 átomos de carbono y que, eventualmente, está eterificada todavía con alcanoles que
- 25.



375892

contienen a lo sumo 4 átomos de carbono.

5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado por emplearse baños en los que el componente a) consiste en un éster obtenible a partir de éter metílico de metilolmelamina y ácido esteárico.
6. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse baños en los que el componente b) está constituido por parafina.
10. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse baños en los que el componente c) contiene, por molécula, de 12 a 60 grupos  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$ .
15. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por emplearse baños en los que el componente c) contiene, por molécula, de 20 a 50 grupos  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$ .
20. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2, 7 y 8, caracterizado por emplearse baños en los 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.
- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por emplearse baños en los que el componente c) contiene a lo menos un radical hidrófilo que se ha originado por desdoblamiento de un átomo de hidrógeno de



375892

un grupo hidroxílico o amínico de un fenol, un alcohol o una alquilamina.

5. 11. Procedimiento según las reivindicaciones 8 y 10, caracterizado por emplearse baños en los que el componente c) es un compuesto polietilenglicólico soluble en agua, que contiene por molécula 30 grupos  $-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-$  y un radical tributilfenoxílico.
10. 12. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por emplearse baños en los que el componente d) es una sal alquilbencensulfónica de un catión metálico incoloro de un metal de los grupos Ia, IIa, IIb, IIIa, IVa o IVb del sistema periódico.
15. 13. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por emplearse baños en los que el componente d) es una sal alquilbencensulfónica de litio, sodio, potasio, cesio, magnesio, calcio, bario, zinc, cadmio, aluminio, estaño, plomo, circonio o titanio.
20. 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2, 7 y 13, caracterizado por emplearse baños en los que el componente d) contiene un solo radical alquílico con 8 a 18, y preferentemente 12, átomos de carbono.
25. 15. Procedimiento según las reivindicaciones 13 y 14, caracterizado por emplearse baños en los que el componente d) es la sal cálcica de un ácido dodecibencensulfónico.



375892

16. Procedimiento según las reivindicaciones 13 y 14, caracterizado por emplearse baños en los que el componente d) es la sal sódica o potásica de un ácido dodecilbensulfónico.

5. 17. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 16, caracterizado por emplearse baños que contienen, respecto al peso de materia seca, 34 a 48 % del componente a), 48 a 58 % del componente b), 1,8 a 11 % del componente c) y 1,3 a 9 % del componente d) y en los que el contenido de los componentes a) y b) juntos es de 85 a 96 % y el contenido de los componentes c) y d) juntos es de 4,5 a 15 % respecto al peso en seco.

10. 18. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 a 17, caracterizado por emplearse, en calidad de catalizador del endurecimiento, un catalizador ácido o potencialmente ácido.

15. 19. Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado por emplearse, en calidad de catalizador del endurecimiento, una sal de aluminio, de preferencia el sulfato de aluminio.

20. 20. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 19, caracterizado por impregnarse el material de fibra con el baño acuoso a temperatura de 15 a 30° C.

21. Procedimiento para producir sobre materiales de

375892



fibra un apresto repulsor del agua sólido al lavado.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de 33 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 26 de Enero de 1970

p.a.

JAIMIE KERN

P. P.

Firmado: JOSE RODRIGUEZ