

385365



CAS 6885/E

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>e 08</u>
SUBCLASE <u>G</u>

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

por "PROCEDIMIENTO PARA COMPONER PREPARACIONES ESTABLES DE PRODUCTOS DE REACCION CONJUNTA DE EPOXIDOS-ACIDOS GRASOS POLIMEROS CON POLIAMIDAS", a favor de la firma Suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es un procedimiento para componer preparaciones estables de productos de reacción a base de epóxidos, ácidos grasos polímeros y poliamidas básicas, caracterizado por hacerse reaccionar a temperatura de 40 a 120° C y en presencia de un disolvente orgánico:

5. a) un producto de reacción a base, a lo menos, de:
 - a') un epóxido que contiene por molécula a lo menos dos grupos epoxidicos;
- y a lo menos

385365



5. a") un ácido graso insaturado polimérico,
en la relación de equivalentes de grupos
de epóxido a grupos de ácido de 0,5 : 1 a
0,95 : 1,
con
- b) una poliamida básica obtenida por condensación de
b') ácidos grasos poliméricos, insaturados, y
b") polialquilenpoliaminas,
en la relación de equivalentes de los grupos de ácido
del componente a) a los grupos amínicos del componente b)
de 1 : 0,4 a 1 : 6.

Por equivalente amínico se entiende la cantidad
de poliamida básica, en gramos, que equivale a un mol de
monoamina.

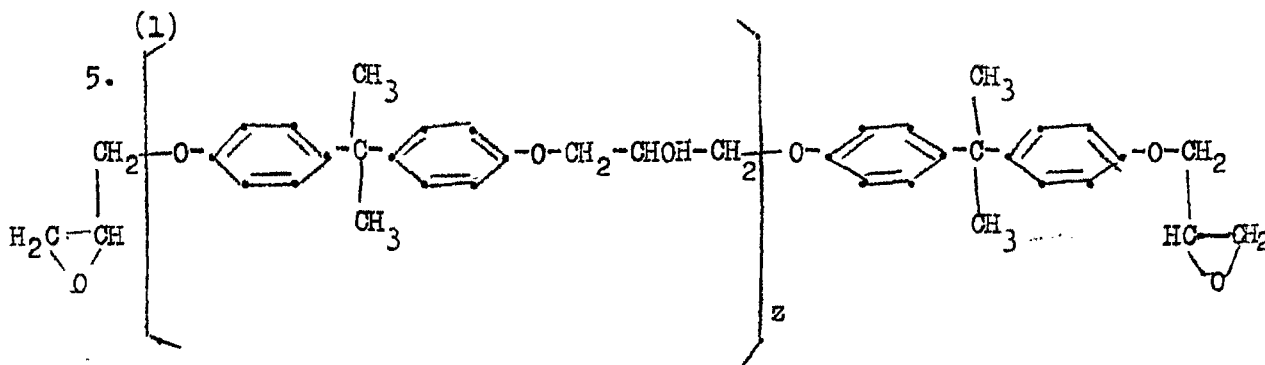
15. Los epóxidos a') de los que se obtiene el componen-
te a) se derivan preferentemente de fenoles o polifenoles
plurivalentes, como la resorcina, y de productos de conden-
sación de fenol-formaldehído del tipo de los resoles o las
novolacas. Se prefieren en particular como compuestos de
partida para la preparación de los epóxidos los bisfenoles
como el bis-(4-hidroxifenil)-metano y, sobre todo el 2,2-
bis-(4'-hidroxifenil)-propano.

Cabe mencionar especialmente aquí los epóxidos del
2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano que tienen un contenido

385365



de peóxido de 1,8 a 5,8 equivalentes de grupos epoxídicos por kg; pero preferentemente de 5 equivalentes de grupos epoxídicos por kg a lo menos, y que corresponden a la fórmula



...en la que

10. z significa un número medio por valor de 0 a 0,65.

Los epóxidos de esta índole se obtienen por reacción de epoclorohidrina con 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano.

15. Como componentes a") han demostrado tener buena aptitud los ácidos grasos alifáticos, dímeros hasta trímeros, etilénicamente insaturados. De preferencia, los productos de reacción a) se preparan aquí a base de los epóxidos a')

20. y los ácidos grasos alifáticos insaturados, dímeros hasta trímeros, a") que se derivan de ácidos monocarboxílicos con 16 a 22 átomos de carbono. Estos ácidos monocarboxílicos son

385305



- ácidos grasos que tienen a lo menos un enlace insaturado etilénicamente y de preferencia 2 a 5 enlaces insaturados etilénicamente. Representantes de esta clase de ácidos son, por ejemplo, el ácido oleico, el ácido hiragónico, el
5. ácido eleosteárico, el ácido licánico, el ácido araquidónico, el ácido clupanodónico y en particular el ácido linólico y el ácido linolénico. Estos ácidos grasos pueden obtenerse de aceites naturales, en los que se hallan sobre todo en forma de glicéridos.
10. Los ácidos grasos dímeros hasta trímeros a") empleados según este invento se obtienen de manera conocida por dimerización de ácidos monocarboxílicos del tipo que se ha indicado. Los ácidos grasos dímeros en cuestión tienen siempre un contenido de ácidos trímeros y un pequeño contenido de ácidos monómeros.
15. Sumamente aptos como componente a") son el ácido linólico y el ácido linolénico dimerizados hasta trimerizados. Los productos técnicos de estos ácidos contienen normalmente de 75 a 95 % en peso de ácido dímero, 4 a 25 % en peso de ácido trímero y un vestigio hasta el 3 % de ácido monómero. La relación molar de ácido dímero respecto a ácido trímero se halla por lo tanto alrededor de 5 : 1 hasta 36 : 1.
20. La reacción del componente a') con el componente a") se efectúa convenientemente a temperatura de 110 a 160° C,
- 25.



y de preferencia a 150° C,

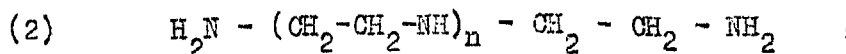
5. La relación de los epóxidos a') a los ácidos a") en el componente a) se elige según el invento de modo que se emplee un exceso de ácido, para que por cada grupo carboxílico del ácido entre menos de un grupo de epóxido. Los productos de reacción a) contienen pues grupos terminales epoxídicos. Según el invento, la cantidad de los componentes a') y a") debe establecerse de modo que exista una relación de equivalentes de 1 grupo de ácido por 0,5 a 0,95 grupos de epóxido; es decir, la cantidad de ácido que corresponde a un equivalente de grupos de ácido se hace reaccionar con la cantidad de epóxido que corresponde a una equivalencia de grupos de epóxido de 0,5 a 0,95. De preferencia, la relación de equivalencia de grupos de epóxido a grupos de ácido es de 0,8 : 1 a 0,95 : 1.
- 10.
- 15.

Los ácidos grasos poliméricos insaturados que se emplean como componente b') para la preparación de las poliamidas básicas b) corresponden a los ácidos grasos empleados como componentes a").

20. En calidad de componente b") son aptas sobre todo las poliaminas, como la dietilentriamina, la trietilentetramina o la tetraetilenpentamina, o sea las aminas de la fórmula



385365



en la que

n es igual a 1, 2 ó 3.

5. En el caso de las mezclas de aminas, puede adoptarse también un valor medio no entero, por ejemplo entre 1 y 2.

Como componente de interés especial se emplea una poliamida básica a base de ácido linólico o linolénico dimerizado hasta trimetizado y una poliamina de la fórmula (2).

10. En calidad de disolventes orgánicos en cuya presencia se desarrolla la reacción del componente a) con el componente b), están indicados en primer término los disolventes orgánicos solubles en agua, y más precisamente, de conveniencia, los que son miscibles con el agua en cualquier proporción. Como ejemplos cabe señalar el dioxano, el isopropanol, el etanol, el metanol, el éter n-butílico de etilenglicol (= n-butilglicol) y el éter monobutílico de dietilenglicol.

20. Pero también es posible efectuar la reacción en presencia de disolventes orgánicos insolubles en agua; por ejemplo, en hidrocarburos bencínicos como la bencina o el éter

385365



- de petróleo, el benceno, los bencenos halogenados o sustituidos con grupos alquílicos inferiores, como el tolueno, el xileno y el clorobenceno; compuestos alicíclicos, como la tetralina o el ciclohexano; e hidrocarburos halogenados,
5. como el cloruro de metileno, el bromuro de metileno, el cloroformo, el tetracloruro de carbono, el cloruro de etileno, el bromuro de etileno, el s-tetracloroetano, el 1,1,1-tricloroetano y, sobre todo, el tricloroetileno o el percloroetileno.
10. Los productos de reacción así obtenidos son insolubles en agua o a lo sumo dispersables en agua.
- La reacción se efectúa con ventaja a temperatura de 40 a 80° C, y en particular de 60 a 70° C. Las soluciones o dispersiones obtenidas con esta reacción se ajustan de conveniencia, por dilución con un disolvente orgánico,
15. a un contenido de 10 a 30 % en peso del producto de reacción. Se distinguen por gran estabilidad.
- Las preparaciones estables obtenidas de acuerdo con este invento pueden utilizarse para diversos fines, sobre todo para el apresto de géneros textiles. Son aptas en particular para hacer antiafieltrante la lana. Para ello se procede haciendo actuar sobre los géneros textiles una preparación que en un disolvente orgánico insoluble en agua contiene, en estado disperso, un producto de
20. reacción a base de epóxidos, ácidos grasos poliméricos y po-
- 25.



liamidas básicas como el indicado al principio y un dispersante tensioactivo, soluble en los disolventes orgánicos, eliminando a continuación el disolvente de los géneros textiles así tratados y, eventualmente, sometiendo éstos a

5. un tratamiento ulterior, por ejemplo a almacenamiento a la temperatura ordinaria durante 2 a 10 días o a un tratamiento térmico a temperatura elevada.

De preferencia se actúa aquí por el método de extracción. Normalmente basta que la preparación para el

10. tratamiento antiafieltrante se haga actuar sobre los géneros textiles durante 15 a 60 minutos, a temperatura de 20 a 80° C, y preferentemente de 30 a 50° C. En muchos casos ha resultado conveniente la adición al baño de tratamiento

15. de un ácido carboxílico alifático de peso molecular bajo (por ejemplo, ácido fórmico o ácido acético), en concentración hasta 20 cc por litro. Es ventajoso que a continuación de este tratamiento y después de haber eliminado el disolvente de los géneros textiles tratados se sometan éstos

20. a un tratamiento térmico, preferentemente a temperatura de 40 a 200° C, y en particular de 80° C, durante 60 a 15 minutos, y en particular 60 minutos.

Si se quiere, la preparación destinada al apresto puede contener todavía otros suplementos, como otros agentes de refinamiento textil (por ejemplo, aclaradores ópticos o suavizadores del tacto).

25.

385365



Asimismo es posible un procedimiento combinado para teñir la lana y hacerla resistente al aifieltramiento, en el cual, al mismo tiempo o consecutivamente por cualquier orden de sucesión, de una parte se tñe la lana por el método de extracción y de otra parte se la trata con las preparaciones de acuerdo con este invento.

5.

La tinción y el tratamiento antiafieltrante pueden así combinarse de manera sencilla y efectuarse en la misma instalación, sin tener que retirar de ella la lana entre ambas operaciones.

10.

La tinción puede realizarse aquí de la manera usual, ya conocida, con cualesquiera de los colorantes utilizables para la lana. Asimismo pueden emplearse los suplementos usuales en la tinción de la lana, como agentes igualadores (por ejemplo, compuestos poliglicólicos de aminas alifáticas superiores).

15.

La cantidad del producto de reacción de este invento (sin contar el disolvente ni el agua) es de conveniencia de 0,5 a 5 %, y preferentemente de 1,2 a 3 %, respecto al peso de la lana. El orden de sucesión de ambas operaciones puede ser el que se quiera; por lo general es algo más ventajoso teñir primeramente y luego aplicar el tratamiento antiafieltrante, pero también se pueden realizar simultáneamente en el mismo baño la tinción y el tratamiento antiafieltrante. Asimismo es posible en ciertos casos emplear direc-

20.

25.

385365



5. tamente los productos de reacción en un disolvente orgánico inerte; es decir, en forma de solución sin dispersante. En calidad de disolventes entran en cuenta, con dispersantes o sin ellos, los mismos disolventes insolubles en agua que se han indicado antes para la preparación.

13. En calidad de agentes tensioactivos para componer la preparación dispersa de los productos de reacción, se emplean con ventaja compuestos tensioactivos aniónicos o no ionógenos, en cuyo caso hay que procurar que tengan buena solubilidad en los disolventes orgánicos que se utilizan para el apresto. Particular interés tienen sobre todo los productos de adición de óxido de etileno a aminas de cadena larga, alcoholes, fenoles o ésteres de ácido graso.

15. Representantes apropiados de los compuestos tensioactivos pertenecen además a los tipos siguientes de compuestos:

20. a) éteres de compuestos polihidroxicos, como alcoholes grasos polioxicualquilados, polioles polioxicualquilados, mercaptanos polioxicualquilados y aminas alifáticas polioxicualquiladas, alquilfenoles y alquilnaftoles polioxicualquilados, alquilarilmercaptanos polioxicualquilados y alquilarilaminas polioxicualquiladas; y asimismo los ésteres respectivos de estos compuestos con ácidos polibásicos (como el ácido sulfúrico o el fosfórico), eventualmente también en
25. forma de sales amónicas o amínicas;

385365



5. b) ésteres de ácido graso de etilenglicoles y polietilenglicoles, lo mismo que del propilenglicol y el butilenglicol, de la glicerina o de las poliglicerinas y de la pentaeritrita, y también de alcoholes de azúcar (como la sorbita);

y

c) N-hidroxiálquil-carbonamidas, carbonamidas polioxiálquiladas y sulfonamidas polioxiálquiladas.

10. En calidad de dispersantes de estos grupos que son utilizables ventajosamente cabe señalar, a título de ejemplo:

- la sal monoetanolamínica del éster fosfórico del producto de adición a base de alcohol oleílico y 6 moles de óxido de etileno;
- 15. - la sal amónica del éster sulfúrico ácido del producto de adición de 17 moles de óxido de etileno a alcohol oleílico;
- el producto de adición de 4 moles de óxido de etileno a nonilfenol;
- 20. - el producto de adición de 8 moles de óxido de etileno a 1 mol de para-terciocetil-fenol;
- el producto de adición de 15 y respectivamente 6 moles de óxido de etileno a aceite de ricino;
- el producto de adición de 20 moles de óxido de



385365

etileno al alcohol $C_{16}H_{33}OH$;

- el producto de adición de óxido de etileno a di-(alfa-feniletíl)-fenoles;
- el tioéter tercidodecílico de óxido de polietileno;
- 5. - el éter poliglicólico de poliamina;
- el producto de adición de 15 y respectivamente 30 moles de óxido de etileno a 1 mol de amina $C_{12}H_{25}NH_2$ o $C_{18}H_{37}NH_2$;
- 10. - el éster trietilenglicólico de ácido oleico;
- el éster de ácido oleico y polietilenglicol 200;
- el éster de ácido oleico y polietilenglicol 400;
- los aductos de 1 mol de ácido oleico a 4 ó 5 moles de óxido de etileno;
- 15. - el aducto de 4 moles de óxido de etileno a 1 mol de éster sorbitánico de ácido oleico; y
- el monolaurato, el monopalmitato y el monoestearato de sorbitán.

20. Igualmente son aptas las mezclas de dichos compuestos tensioactivos.

En las recetas de preparación y los ejemplos que



siguen, los porcentajes son porcentajes en peso.

Recetas de preparación

=====

A)

5. Se calientan a 150° C de temperatura interna, durante 6 1/2 horas y agitando, 282 g (1 equivalente de ácido) de un ácido linólico dimerizado, junto con 153 g (0,8 equivalentes de grupos de epóxido) de un epóxido formado a base de 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano y epíclorohidrina. Se obtiene un producto límpido, muy viscoso, con un índice de acidez de 53 y un contenido de grupos epoxídicos de 0.

B)

15. Se calientan a 150° C de temperatura interna, durante 7 1/2 horas y agitando, 282 g (1 equivalente de ácido) de un ácido linólico dimerizado, junto con 172 g (0,9 equivalentes de grupos de epóxido) de un epóxido según la receta A. Se obtiene un producto límpido, muy viscoso, con un índice de acidez de 36 y un contenido de grupos epoxídicos de 0.

20.

C)

Se calientan a 150° C de temperatura interna, du-

385365



rante 5 1/2 horas y agitando, 141 g (= 0,5 equivalentes de ácido) de un ácido linólico dimerizado, junto con 41,4 g (= 0,45 equivalentes de epóxido) de éter diglicídico de etilenglicol,

5. Se obtiene un producto límpido, muy viscoso, con un índice de acidez de 65,7 y un contenido de grupos epoxídicos de 0.

D)

10. Se calientan a 120° C de temperatura interna, durante 1 1/2 horas, 148 g (= 0,5 equivalentes de ácido) de una mezcla de 75 % de ácido linólico dimerizado y 25 % de ácido linólico trimerizado, junto con 41,6 g (= 0,25 equivalentes de epóxido) de isocianurato de triglicídilo. Se obtiene un producto muy viscoso, con un índice de acidez de 99,5 y un contenido de grupos epoxídicos de 0,3.

15.

E)

20. Se calientan a 150° C de temperatura interna, durante 7 horas y agitando, 198 g (= 0,5 equivalentes de ácido) de una mezcla de 75 % de ácido linólico dimerizado y 25 % de ácido linólico trimetizado, junto con 88,3 g (= 0,45 equivalentes de grupos de epóxido) de un epóxido formado a base de 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano y epiclorohidrina.



385365

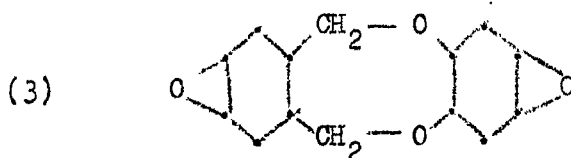
Se obtiene un producto límpido, muy viscoso con un índice de acidez de 64 y un contenido de grupos epoxídicos de 0.

F)

5. Se calientan a 120° C de temperatura interna, durante 2 horas y agitando, 148 g (= 0,5 equivalentes de ácido) de una mezcla de 75 % de ácido linólico dimerizado y 25 % de ácido linólico trimerizado, junto con 66 g (= 0,4 equivalentes de grupos de epóxido) de éster diglicídico de ácido hexahidroftálico. Se obtiene un producto límpido, muy viscoso, con un índice de acidez de 35,5 y una equivalencia de grupos epoxídicos de 0.
- 10.

G)

15. Se calientan a 150° C de temperatura interna, durante 1 3/4 horas, 141 g (= 0,5 equivalentes de ácido) de un ácido linólico dimerizado, junto con 54,6 g (0,35 equivalentes de grupos de epóxido) de un epóxido de la fórmula



20. Se obtiene un producto límpido, muy viscoso, con un índi-

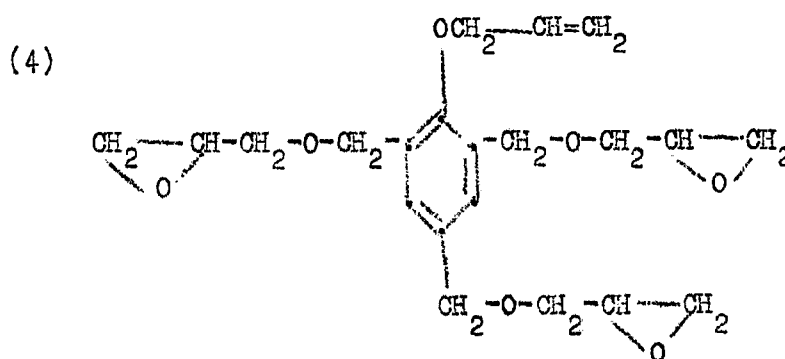
385365



ce de acidez de 61,5 y un contenido de grupos epoxídicos de 0.

H)

5. Se calientan a 150° C de temperatura interna, durante 2 1/4 horas, 141 g (0,5 equivalentes de ácido) de ácido linólico dimerizado, junto con 40 g (= 0,25 equivalentes de grupos de epóxido) de un epóxido de la fórmula



10.

Se obtiene un producto límpido, muy viscoso, con un índice de acidez de 113 y un contenido de grupos epoxídicos de 0,27.

I)

15. Se calientan a 150° C de temperatura interna, durante 6 1/2 horas y agitando, 141 g (0,5 equivalentes de ácido) de un ácido linólico dimerizado, junto con 78,5 g



(0,4 equivalentes de grupos de epóxido) del epóxido según la receta de preparación E. Se obtiene un producto límpido, muy viscoso, con un índice de acidez de 59 y una equivalencia de grupos epoxídicos de 0.

5.

Ejemplo 1

Se disuelven en 66 g de n-butilglicol 77 g (0,05 equivalentes de ácido) de un producto preparado según la receta B y se agita la solución a 60° C, durante 2 horas, junto con una solución de 6,2 g (0,025 equivalentes amínicos) de una poliamida preparada a base de ácido linólico polimerizado y dietilentriamina y 10 g de n-butilglicol. Luego se diluye con 248 g de n-butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, con un contenido de materia seca del 20 %.

10.

15.

Ejemplo 2

Se disuelven en 66 g de n-butilglicol 77 g (0,05 equivalentes de ácido) de un producto preparado según la receta B y se agita la solución a 60° C, durante 2 horas, junto con una solución de 12,35 g (0,05 equivalentes amínicos) de la poliamida descrita en el Ejemplo 1 y 15 g de n-butilglicol. Luego se diluye con 265 g de n-butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, con un contenido de materia

20.

385305



seca del 20 %.

Ejemplo 3

5. Se disuelven en 66 g de n-butilglicol 77 g (0,05 equivalentes de ácido) de un producto preparado según la receta B y se agita la solución a 60° C, durante 2 horas, junto con una solución de 24,7 g (0,1 equivalente amínico) de la poliamida descrita en el Ejemplo 1 y 25 g de n-butilglicol. Luego se diluye con 298 g de n-butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, con un contenido de materia seca del 20 %.
- 10.

Ejemplo 4

15. Se disuelven en 59 g de n-butilglicol 68 g (0,044 equivalentes de ácido) de un producto preparado según la receta B y se agita la solución a 60° C, durante 4 horas, junto con una solución de 32 g (0,13 equivalentes amínicos) de la poliamida descrita en el Ejemplo 1 y 32 g de n-butilglicol.

20. Luego se diluye con 299 g de n-butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, con un contenido de materia seca del 20 %.



Ejemplo 5

5. Se disuelven en 66 g de n-butilglicol 77 g (0,05 equivalentes de ácido) de un producto preparado según la receta B y se agita la solución a 60° C, durante 4 horas, junto con una solución de 49,4 g (0,2 equivalentes amínicos) de la poliamida descrita en el Ejemplo 1 y 50 g de n-butilglicol.

10. Luego se diluye con 373 g de n-butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, con un contenido de materia seca del 20 %.

Ejemplo 6

15. Se disuelven en 66 g de n-butilglicol 77 g (0,05 equivalentes de ácido) de un producto preparado según la receta B y se agita la solución a 60° C, durante 2 horas, junto con una solución de 62 g (0,25 equivalentes amínicos) de la poliamida descrita en el Ejemplo 1 y 70 g de n-butilglicol. Luego se diluye con 423 g de n-butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, con un contenido de materia seca del 20 %.

20.



Ejemplo 7

Se disuelven en 74,4 g de dioxano, 74,4 g (= 0,3 equivalentes amínicos) de una poliamida preparada a base de ácido linólico polimerizado y dietilentriamina y se calienta la solución a 40° C de temperatura interna. En el curso de 30 minutos se hace afluir una solución de 42,3 g (0,05 equivalentes de ácido) del producto de reacción preparado según la receta C y 42,8 g de dioxano. A continuación se agita a 40° C por 24 horas todavía y luego se diluye con 275 g de dioxano. Se obtiene una solución límpida, tenue, con un contenido de materia sólida del 20 %.

Ejemplo 8

a) En un recipiente de reacción provisto de agitador, termómetro, tubo para la admisión de nitrógeno y suplemento destilador se depositan 187 g de ácido graso polimerizado y 68,5 g de dietilentriamina. El ácido graso polimerizado, obtenido mediante polimerización de ácido oleico, tiene las propiedades siguientes: 95 % de ácido oleico dimerizado; peso de equivalentes, 289.

Se calienta la mezcla reaccional a 200° C, en el curso de 1 1/2 horas, bajo atmósfera de nitrógeno y agitando, lo que hace que a 160° C de temperatura interna se inicie el desdoblamiento de agua. Después de dos horas más a 200° C,



se recogen en total 13 partes de agua.

A continuación se concentra en vacío (14 mm de Hg) durante 3 horas, a temperatura de 200 a 210° C. Se obtienen 210 g de un producto mixto, amarillento y viscoso, con un peso de equivalentes amínicos de 296.

5.

b) 52,2 g (= 0,2 equivalentes amínicos) del producto que se ha descrito en a) se disuelven en 59,2 g de butilglicol y se calienta la solución a 120° C de temperatura interna. En el curso de 30 minutos se hace afluir una solución de 28,2 g (0,05 equivalentes de ácido) del producto de reacción preparado según la receta D y 28,2 g de butilglicol. A continuación se agita por 2 horas todavía y luego se diluye con 260 g de butilglicol. Se obtiene una solución límpida, con un contenido de materia seca del 20 %.

10.

15.

Ejemplo 9

Se disuelven en 87,7 g de dioxano 87,7 g (= 0,1 equivalente de ácido) del producto de reacción preparado según la receta E y se calienta la solución a 80° C de temperatura interna. Luego se hace afluir, en el curso de 30 minutos, una solución de 24,8 g (= 0,1 equivalente amínico) de una poliamida según el Ejemplo 7 y 24,8 g de dioxano. A los 20 minutos se diluye con 230 g de dioxano y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se ob-

20.

385305



tiene una solución flúida, con un contenido de materia seca del 20 %.

Ejemplo 10

5. Se disuelven en 39,5 g de etanol 39,5 g (= 0,025 equivalentes de ácido) del producto de reacción preparado según la receta F y se calienta la solución a 60° C de temperatura interna. Luego se hace afluir en el curso de 30 minutos una solución de 24,8 g (= 0,1 equivalente amínico) de una poliamida según el Ejemplo 7 y 24,8 g de etanol. A
10. las 2 horas se agregan 190 g de etanol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución flúida, con un contenido de materia seca del 20 %.

Ejemplo 11

15. Se disuelven en 44,6 g de isopropanol 44,6 g (= 0,18 equivalentes amínicos) de una poliamida según el Ejemplo 9 y se calienta la solución a 60° C de temperatura interna. Luego se hace afluir una solución de 30,4 g (= 0,033 equivalentes de ácido) del producto de reacción preparado según la receta G y 30,4 g de isopropanol. Al cabo
20. de 2 horas se diluye con 225 g de isopropanol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución flúida, con un contenido de materia seca del 20 %.



385365

Ejemplo 12

Se disuelven en 44,5 g de butilglicol 44,5 g (= 0,15 equivalentes amínicos) de una poliamida según el Ejemplo 8, a), y se calienta la solución a 60° C de temperatura interna. Luego se hace afluir, en el curso de 30 minutos, una solución de 24,8 g (= 0,05 equivalentes de ácido) del producto de reacción preparado según la receta H y 24,8 g de butilglicol. Al cabo de 2 horas más, se diluye con 195 g de butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución flúida, con un contenido de materia seca del 20 %.

Ejemplo 13

Se disuelven en 76 g de butilglicol 76 g (= 0,08 equivalentes de ácido) del producto de reacción según la receta I y se calienta la solución a 60° C de temperatura interna. Se añade una solución de 9,9 g (= 0,04 equivalentes amínicos) de una poliamida según el Ejemplo 7 y 10 g de butilglicol. Al cabo de 2 horas se diluye con 255 g de butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución flúida, con un contenido de materia seca del 20 %.

385385

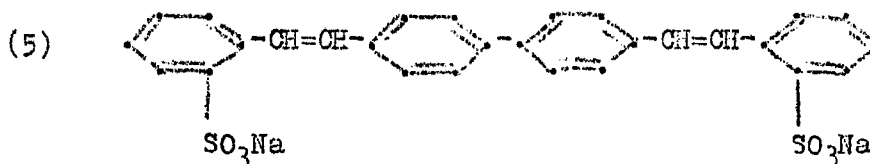


Ejemplo 14

Se disuelven en 102 g de butilglicol 102 g (= 0,1 equivalente de ácido) de un producto preparado según la receta A y se calienta la solución a 60° C de temperatura interna. Después de agregar una solución de 12,4 g (= 0,05 equivalentes amínicos) de una poliamida según el Ejemplo 1 y 12,4 g de butilglicol, se agita por 2 horas a 60° C de temperatura interna. Luego se diluye con 330 g de butilglicol y se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, con un contenido de materia seca del 20 %.

Ejemplo 15

3,0 g del preparado según el Ejemplo 5, junto con 0,4 g del aclarador óptico de la fórmula:



15.

y 5,0 cc de ácido acético se empastan con 5,0 g de un aducto a base de 1 mol de para-tercinonilfenol y 5 moles de óxi-

385365



- do de etileno y luego se completa esta mezcla con tricloroetileno hasta 1000 cc. Agitando brevemente, se obtiene una dispersión estable. Con este líquido se tratan, a 50° C y durante una hora, 20 g de hilo de lana blanqueado. Después de eliminar por centrifugación el líquido sobrante, se seca durante una hora todavía, a 80° C, y se fija.
- 5.

El hilo de lana así tratado es resistente al afieltramiento y muestra buen efecto aclarador.

Ejemplo 16

10. Se forma una pasta con 2,0 g del preparado según el Ejemplo 2 y 5,0 g de un aducto a base de 1 mol de paratercinonilfenol y 5 moles de óxido de etileno y luego se completa esta mezcla con percloroetileno hasta 1000 cc. Agitando brevemente, se obtiene una dispersión estable. Con este líquido se tratan a 30° C y durante 60 minutos 20 g de hilo de lana. Después de expulsar por centrifugación el líquido sobrante, se seca a 80° C durante una hora todavía y se fija.
- 15.

El hilo de lana así tratado es resistente al afieltramiento.

20.

Ejemplo 17

Se forma una pasta con 3,0 g del preparado según uno de los ejemplos 7 a 14 y 10,0 g de un tensiuro de la composición que se indica más abajo y se diluye esta mezcla con

385365



- percloroetileno hasta 1000 cc. Mediante breve agitación se logra una dispersión estable. Con este líquido se tratan a 20° C, durante 50 minutos, 20 g de una pieza de género de punto a base de lana. Después de expulsar por centrifugación el líquido sobrante, se seca a 100° C durante 10 minutos y se fija. La pieza de género de punto así tratada es en todos los casos resistente al afieltramiento.
- 5.

Para tensiuros sirven los productos siguientes:

- I: Producto de condensación de 1 mol de ácido graso de coco y 2 moles de dietanolamina que contiene alrededor de 2 % de agua y 2 % de ácido acético.
- 10.
- II: Ester ácido fosfórico de un producto de condensación de 1 mol de 2-etilhexanol y 5 moles de óxido de etileno, neutralizado con hidróxido sódico, en forma de solución acuosa al 80 %.
- 15.
- III: Solución acuosa que contiene:
- 38,5 % de un éster poliglicólico de ácido oleico,
- 20.
- 38,5 % de un producto de condensación de 1 mol de para-terciocetilfenol y 8 moles de óxido de etileno y 15,5 % de ácido oleico.

385365



Ejemplo 18

- Se hace una pasta con 2,0 g de un preparado según uno de los Ejemplos 7 a 14 y 5,0 g cada vez de un tensiuro de la composición indicada en el Ejemplo 16 y se diluye esta mezcla con tricloroetileno hasta 500 cc. Agitando brevemente, se prepara una dispersión estable. Con este líquido se tratan a 20° C, durante 40 minutos, 20 g de hilo de lana y, después de eliminar por centrifugación el líquido sobrante, se seca durante 60 minutos a 90° C y se fija. El hilo de lana resultante tiene en todos los casos un apresto resistente al afieltramiento.
- 5.
- 10.

Ejemplo 19

- Se hace una pasta con 16 g de un preparado según uno de los Ejemplos 7 a 14 y 40 g cada vez de un tensiuro de la composición indicada en el Ejemplo 16 y se diluye hasta 4000 cc con bencina (de intervalo de ebullición 150 a 195° C). Agitando, se prepara una dispersión estable. Con este líquido se tratan a 50° C, durante 45 minutos, 200 g de una pieza de género de punto hechos de lana. Después de expulsar el líquido por centrifugación, se seca a 80° C durante 45 minutos más y se fija. La pieza de lana adquiere en todos los casos un apresto resistente al afieltramiento.
- 15.
- 20.

En lugar de la bencina puede emplearse como disolvente, con resultado igualmente bueno, el ciclohexano.



N O T A

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 16.656/69 del 10.11.69 y 14.952/70 del 9.10.70.

5. 1.- Procedimiento para componer preparaciones estables de productos de reacción conjunta de epóxidos-ácidos grasos polímeros con poliamidas, caracterizado por hacerse reaccionar, en presencia de un disolvente orgánico y a temperatura de 40 a 120°C:

10. a) un producto de reacción a base, a lo menos, de:

a') un epóxido que contiene por molécula a lo menos dos grupos epoxídicos;

y a lo menos

15. a'') un ácido graso insaturado polimérico, en la relación de equivalentes de grupos de epóxido a grupos de ácido de 0,5:1 a 0,95:1

con

b) una poliamida básica obtenida por condensación de b') ácidos grasos poliméricos insaturados y

20. b'') polialquilenpoliaminas,

en relación de equivalentes de grupos de ácido del componente a) a grupos amínicos del componente b) de 1: 0,4 a 1 : 6.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en calidad de componente a'),

25. un epóxido que se deriva de un bisfenol, como el éter



poliglicídico del 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano, o un epóxido del etilenglicoldiglicidil-éter y, particularmente aquellos que presenten un contenido de epóxido de 5 equivalentes, a lo menos, de grupos de epóxido por kg, como los derivados de la interacción entre la epiclorohidrina y

5. 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano.

3. Procedimient, según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en calidad de componentes a"), ácidos grasos alifáticos, dímeros hasta trímeros, insaturados etilénicamente, tal como los ácidos grasos que se derivan de ácidos monocarboxílicos alifáticos insaturados, con 16 a 22 átomos de carbono, y especialmente el ácido linólico o linolénico dimerizado y hasta trimerizado.

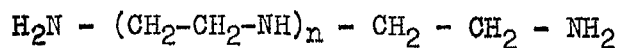
10.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en calidad de componente b'), ácidos grasos alifáticos, dímeros hasta trímeros, insaturados etilénicamente, particularmente los ácidos grasos derivados de ácidos monocarboxílicos alifáticos insaturados, con 16 a 22 átomos de carbono, y en especial ácido linólico o linolénico dimerizado y hasta trimerizado.

15.

20.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en calidad de componente b"), una poliamina alifática de la fórmula



25. en la que

n es igual a 1, 2 ó 3,



y particularmente dietilentriamina, trietilentetramina o tetraetilenpentamina.

6. Procedimiento según las reivindicaciones 4 y 5, caracterizado por emplearse, en calidad de componente b),
5. una poliamida básica a base de ácido linólico o linolénico dimerizado hasta trimerizado y de una polioamina de la fórmula



10. en la que

n es igual a 1, 2 ó 3.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por emplearse, en calidad de disolvente orgánico, un disolvente ilimitadamente miscible con el agua.
- 15.

8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por efectuarse la reacción a temperatura de 40 a 80°C.

9. Procedimiento para componer preparaciones estables de productos de reacción conjunta de epóxidos-ácidos grasos polímeros con poliamidas.
- 20.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 30 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

25.

Madrid, a 9 de Noviembre 1970

p.a.

JAIME ISERN

p.p.

Firmado: JOSE F. NIETO