

CASE 6887/E



385367

SECCION TECNICA

CLASIFICACION I. P. C

CLASE D 06

SUBCLASE G

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

por "PROCEDIMIENTO PARA EL APRESTO DE GENEROS TEXTILES", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE ANONYME, residente en BASILEA (Suiza)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento es un procedimiento para el apresto de géneros textiles, y en particular para hacer antiafietrante la lana, caracterizado por hacerse actuar sobre los géneros textiles una preparación que contiene:

- 1) en un disolvente orgánico insoluble en agua,
- 2) un producto de reacción de
 - a) a') una poliamida básica y
 - a") un epóxido, un éter alquílico de un precondensado aminoplástico o un producto de

385367



- reacción de epóxido / ácido graso insaturado
polimérico
o bien de
5. b) b') un producto de reacción de epóxido /
ácido carboxílico orgánico y
b''). una amina o un producto de reacción de
amina/epóxido y
3) un dispersante tensioactivo soluble en los disol-
ventes orgánicos,
10. a continuación eliminarse de los géneros textiles así
tratados el disolvente y, eventualmente, someterse luego
los géneros textiles a un tratamiento térmico a tempe-
ratura elevada.

15. De preferencia se actúa aquí por el método de ex-
tracción. Normalmente basta que la preparación para el
tratamiento antiafieltrante se haga actuar sobre los gé-
neros 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 tra-
tamiento de un ácido carboxílico alifático de peso mole-
20. cular bajo (como, por ejemplo, ácido fórmico o ácido acé-
tico), en concentración hasta 20 cc por litro, particular-
mente en aplicación combinada junto con aclaradores óp-
ticos. Es ventajoso que a continuación de este tratamiento
25. y después de haber eliminado el disolvente de los géneros
textiles tratados (por ejemplo, mediante centrifugación),

385367



se sometan los géneros a un tratamiento ulterior (por ejemplo, almacenamiento a la temperatura ordinaria por 2 a 10 días o tratamiento térmico a temperatura preferentemente de 40 a 200° C, y en particular de 80° C, durante 5. 60 a 15 minutos, y en particular durante 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).

10. La lana sometida al apresto puede hallarse en cualquier estado de elaboración: por ejemplo, en forma de peinado, filamento o piezas de indumentaria, como pullovers.

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

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

La tinción puede realizarse aquí de la manera usual, ya conocida, con cualesquiera de los colorantes utiliza-

385367



bles 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).

5. La cantidad del producto de reacción 2) (sin contar el disolvente) es de conveniencia de 0,5 a 5 %, y preferentemente de 1,2 a 3 %, respecto al peso de la lana.

10. El orden de sucesión de ambas operaciones puede ser el que se quiera; en general, es más bien ventajoso teñir primeramente y luego efectuar el tratamiento antiafieltrante, pero también se puede teñir y efectuar el tratamiento antiafieltrante al mismo tiempo y en el mismo baño.

15. Del gran número de disolventes orgánicos entran en cuenta para la realización del procedimiento aquí expuesto únicamente los insolubles en agua, o sea los disolventes que a 20° C absorben muy pocas cantidades de agua, por ejemplo de 0,01 a 1 % en peso. Son aptos, por ejemplo: los hidrocarburos bencínicos, como el éter de petróleo; el benceno y los bencenos halogenados o substituídos con grupo alquílicos inferiores (como el tolueno, el etilbenceno, el cumol y el xileno); los hidrocarburos alicíclicos (como la tetralina o el ciclohexano); o, en particular,
20. los hidrocarburos alifáticos halogenados. En calidad de hidrocarburos alifáticos halogenados que se prefieren entran en cuenta principalmente los empleados en la industria
- 25.

385367



de purificación química, como el cloruro de metileno, el bromuro de metileno, el cloroformo, el tetracloruro de carbono, el cloruro de etileno, el bromuro de etileno, el 1,1,1-tricloroetano, el s-tetracloroetano o, en especial, el tricloroetileno y el percloroetileno.

También pueden utilizarse mezclas de dichos disolventes.

De preferencia se emplea como componente 2) un producto de reacción a base de:

10. a) a') una poliamida básica a base de ácidos grasos polímeros, insaturados, y polialquileno-poliaminas y
a") un epóxido o un precondensado aminoplástico portador de grupos de éter alquílico o bien
15. b) b') un producto de reacción a base de un epóxido que contenga por molécula a lo menos dos grupos epoxídicos y de un ácido carboxílico orgánico que contenga por molécula a lo menos dos grupos carboxílicos y
20. b") una amina portadora a lo menos de dos grupos amínicos, o un producto de reacción de una amina portadora por molécula de dos grupos amínicos a lo menos con un epóxido portador por molécula de dos grupos epoxídicos a lo menos.



385367

Los productos de reacción utilizados como componente 2) pertenecen en particular a uno de los tres tipos siguientes:

5. 1. Productos de reacción a base de epóxidos y compuestos amínicos, que se obtienen haciendo reaccionar en presencia de disolventes orgánicos, a temperaturas de 80° C a lo sumo y en la relación de equivalentes de 1 : 1 a 1 : 5, epóxidos con poliamidas básicas a base de ácidos grasos polímeros, de preferencia dímeros a trímeros, insaturados, y de polialquilenpoliaminas, para formar compuestos de poliadición solubles o dispersables en agua, y cuidando por adición de ácido, a lo más tardar el final de la reacción, de que una muestra de la mezcla reaccional tenga, después de adición de agua, un pH de 2 a 3.
10. 2. Productos de reacción a base de precondensados aminoplásticos y compuestos amínicos, que se obtienen haciendo reaccionar precondensados aminoplásticos portadores de grupos de éter alquílico, en presencia de disolventes orgánicos, con poliamida básicas a base de ácidos grasos poliméricos insaturados, de preferencia dímeros, y polialquilenpoliaminas, para formar compuestos solubles en agua, y cuidando por adición de ácido, a lo más tardar inmediatamente después de terminarse la reacción, de que una muestra de la mezcla reaccional tenga, después de añadirle agua, un pH de 2 a 8, y preferentemente de 2 a 7.
15. 20. 25.



385367

3. Productos de reacción a base de epóxidos y aminas, que se obtienen haciendo reaccionar:

5. a) un producto de reacción a saber, a lo menos, de
- a') un epóxido que contiene por molécula a lo menos dos grupos epoxídicos
- y a lo menos
- a") un ácido carboxílico orgánico que contiene a lo menos dos grupos carboxílicos por molécula, en la relación de equivalencia de grupos de epóxido a grupos de ácido de 1: 0,1 a 1 : 0,8,
10. con
- b) b') una amina portadora a lo menos de dos grupos amínicos, de los que cada uno presenta a lo menos un átomo de hidrógeno ligado a nitrógeno,
15. o bien
- b") un producto de reacción del componente b') con un epóxido que contiene por molécula a lo menos dos grupos epoxídicos,
20. en cuyo caso la relación de equivalentes de hidrógeno ligado a aminonitrógeno respecto a grupos epoxídicos es de 3 : 1 a 11 : 1,
- en presencia de un disolvente orgánico y con la relación de equivalentes de grupos de epóxido respecto a hidrógeno ligado a aminonitrógeno de 1 : 2 a 1 : 10, y cuidando
25. por adición de ácido, a lo más tardar al final de la



385367

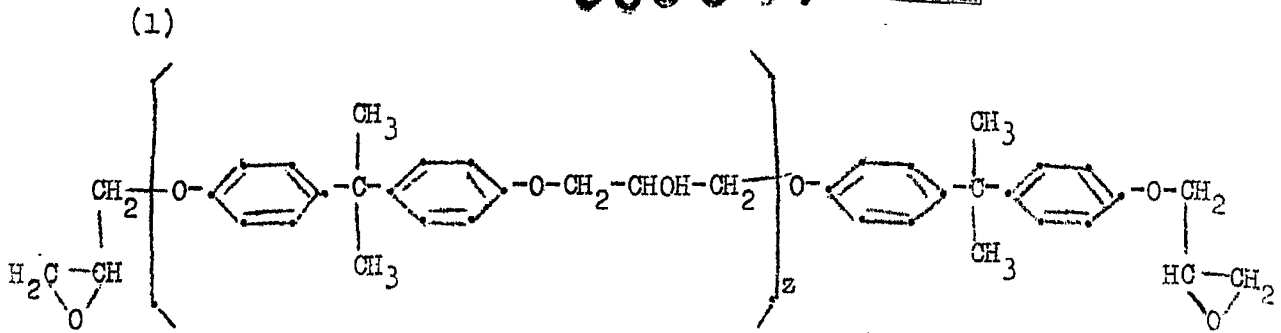
reacción, de que una muestra de la mezcla reaccional tenga, después de diluida con agua, un pH de 2 a 8.

- Los epóxidos que se emplean para la preparación de los productos de reacción de los tipos 1 y 3, utilizados de acuerdo con este invento, son por lo general líquidos a la temperatura ordinaria (o sea a temperatura de 15 a 25° C) y se derivan preferentemente de fenoles o polifenoles plurivalentes, como la resorcina, y de productos de condensación 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.
- 5.
- 10.

- Cabe mencionar especialmente aquí los epóxidos del 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano que tienen un contenido de epóxido de 3,8 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
- 15.



385367



5. en la que

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

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

10. En calidad de ácidos grasos poliméricos insaturados aptos para la preparación de las poliamidas básicas que, a su vez, sirven para la preparación de los productos de reacción de los tipos 1 y 2 utilizados de acuerdo con este invento, están indicados principalmente los ácidos

15. grasos alifáticos, dímeros hasta trímeros, insaturados etilénicamente. De preferencia se emplean ácidos grasos alifáticos insaturados, dímeros hasta trímeros, que se derivan de ácidos monocarboxílicos con 16 a 22 átomos de carbono. Estos ácidos monocarboxílicos son ácidos grasos por-

20. tadores a lo menos de un enlace etilénicamente insaturado y preferentemente de 2 a 5 enlaces etilénicamente insaturados. Representantes de esta clase de ácidos son, por

385367



ejemplo, el ácido oleico, el ácido miragónico, el ácido eleostearico, 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.

5.

Los ácidos grasos dímeros hasta trímeros 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.

10.

Ácidos grasos particularmente apropiados 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 trímero respecto a ácido dímero se halla por lo tanto alrededor de 5 : 1 hasta 36 : 1.

15.

20.

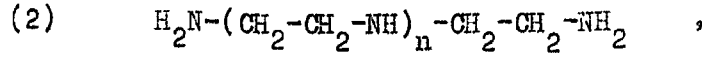
Mediante condensación de estos ácidos grasos poliméricos (en particular, del ácido linólico o linolénico dimerizado hasta trimerizado) con poliaminas, en particular poliaminas alifáticas como la dietilentriamina, la trietilentetramina y la tetraetilenpentamina, o sea aminas

25.

385367



de la fórmula



en la que

n es igual a 1, 2 ó 3 y en el caso de mezclas

5. puede asumir también un valor medio no entero (por ejemplo, entre 1 y 2),

se obtienen las poliamidas básicas. Es necesario que éstas sean básicas, lo que se logra utilizando en la condensación de las poliamidas un exceso de grupos amínicos (H_2N -y alquileo-NH-alquileo) respecto a los grupos de ácido carboxílicos.

10.

Los precondensados aminoplásticos que sirven como materias de partida para la preparación de los productos de reacción del tipo 2 son compuestos metilólicos, total o en particular parcialmente eterificados, de formadores de aminoplasto nitrogenados, como urea, derivados de urea (por ejemplo, etilenurea y propilenurea) y glicoxalmonoureína.

15.

Entran preferentemente en consideración las metilolaminotriacinas eterificadas, como por ejemplo, éter alquílico de melamina muy metilolada cuyos radicales alquílicos contengan de 1 a 4 átomos de carbono. En concepto

20.

385367



de radicales alquílicos entran en cuenta, entre otros, los radicales de metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo y asimismo n-hexilo. Además de dichos radicales alquílicos pueden existir todavía en la molécula otros radicales; por ejemplo, radicales poliglicólicos. Por lo demás, se prefieren los éteres n-butílicos de una melamina muy metilolada que contengan en la molécula de 2 a 3 grupos butílicos. Por "melaminas muy metiloladas" deben entenderse aquí las que por término medio tienen a lo menos 5 (y de conveniencia alrededor de 5,5) grupos metilólicos.

Para preparar los productos de reacción del tipo 3 son aptos, en calidad de ácidos carboxílicos orgánicos con dos grupos carboxílicos a lo menos por molécula, sobre todo los ácidos grasos alifáticos insaturados etilénicamente, dímeros hasta trímeros, como los que se emplean para la preparación de las poliamidas básicas. Al mismo tiempo entran en cuenta también los ácidos dicarboxílicos alifáticos con 2 a 10, y preferentemente 4 a 10, átomos de carbono o los ácidos dicarboxílicos aromáticos, de preferencia aromáticos monocíclicos.

En concepto de ácidos dicarboxílicos alifáticos tienen interés principal los ácidos alquilendicarboxílicos con 4 a 10 átomos de carbono, como, por ejemplo, el ácido succínico, el ácido adípico, el ácido seelaico o el ácido sebácico. En concepto de ácidos dicarboxílicos alifáticos



385367

entran también en consideración el ácido oxálico, el ácido fumárico y el ácido maleico. Ácidos dicarboxílicos aromáticos preferidos son los ácidos bencendicarboxílicos, como el ácido ftálico o el ácido tereftálico.

5. Los ácidos dicarboxílicos como el ácido maleico o el ácido ftálico se hacen reaccionar con el epóxido preferentemente en forma de anhídridos de ácido.

10. Las diaminas utilizables para la preparación de los productos de reacción del tipo 3 pueden ser alifáticas, cicloalifáticas, heterocíclicas o aromáticas y presentan preferentemente a lo menos un grupo amínico primario y un segundo grupo amínico en el que a lo menos un átomo de hidrógeno está ligado a nitrógeno. Como aminas heterocíclicas o aromáticas particularmente aptas entran en
15. cuenta, por ejemplo las piperacinas (como la N,N'-bis-(3-amino-propil)-piperacina) o las fenilaminas (como el bis-(3-metil-4-aminofenil)-metano). Sin embargo, se prefieren las aminas alifáticas o cicloalifáticas diprimarias.

20. En calidad de aminas alifáticas son aptas aquí sobre todo las poliaminas como las que se han descrito para la preparación de las poliamidas básicas.

25. En calidad de aminas cicloalifáticas son aptas sobre todo las diaminas cicloalifáticas diprimarias, que además de los dos átomos de aminonitrógeno, contienen solamente carbono e hidrógeno y que presentan un anillo carbo-

385367



cíclico pentagonal hasta hexagonal saturado, un grupo H_2N ligado a un átomo de carbono cíclico y un grupo H_2N-CH_2- ligado a otro átomo de carbono cíclico.

- Como ejemplos de tales aminas cabe citar el 3,5,5-trimetil-1-amino-3-aminometil-ciclohexano o el 1-amino-2-aminometil-ciclopentano.
- 5.

- Para preparar los productos de reacción del tipo 3, la amina puede emplearse por sí sola o en forma de producto de reacción con un epóxido. En tal caso pueden utilizarse los mismos epóxidos que se emplean para preparar los productos de reacción con los ácidos carboxílicos orgánicos o los productos de reacción del tipo 1. Dado que la relación de equivalentes de grupos amínicos respecto a grupos epoxídicos en el componente b") es de 3 a 5,5 por 1, los grupos amínicos se hallan siempre en exceso y en el producto de reacción de amina / epóxido b") no pueden percibirse ya grupos epoxídicos. Por lo tanto, los epóxidos empleados para la preparación del componente b") carecen de influencia en la relación de equivalentes de grupos epoxídicos respecto a hidrógeno ligado a aminonitrógeno, de 1 : 2 a 1 : 10, en el producto final a base de los componente a) y b).
- 10.
- 15.
- 20.

- Para preparar los productos de reacción del tipo 1, los epóxidos se hacen reaccionar con las poliamidas básicas en la relación de equivalentes de 1 : 1 a 1 : 5.
- 25.

385367



Por equivalente de grupos epoxídicos debe entenderse la cantidad de epóxido, en gramos, que equivale a un mol de compuesto monoepoxídico; y por equivalente de grupos amínicos, la cantidad de poliamida básica que equivale a un mol de monoamida. Los índices de equivalentes pueden determinarse de manera conocida.

Eventualmente, los productos de adición a base de epóxidos y poliamidas pueden obtenerse también con empleo al mismo tiempo de un tercer componente, a saber, un compuesto monofuncional. Estos compuestos monofuncionales presentan como grupos o átomos funcionales un átomo móvil de halógeno o un grupo de vinilo, de ácido, de éster, de anhídrido de ácido, de isocianato o de epóxido.

Para preparar los productos de reacción del tipo 2, los precondensados aminoplásticos se hacen reaccionar con las poliamidas básicas en la relación de equivalentes de 1 : 0,11 a 1 : 1,45. Para los precondensados aminoplásticos se entiende por un equivalente el cociente del peso molecular y del número total de los grupos metilólicos (tanto libres como eterificados) presentes en la molécula. A un equivalente amínico corresponde la cantidad de poliamida básica equivalente a un mol de monoamida. En consecuencia, se hace reaccionar, por ejemplo, un mol de compuesto metilólico que contiene por término medio 5,5 grupos metilólicos (en parte eterificados) con la canti-

385367



dad de poliamida básica correspondiente a 0,5 a 8 equivalentes amínicos.

5. En la preparación de los productos de reacción del tipo 3 puede eventualmente emplearse todavía un tercer componente a'''). Se trata de alcoholes que presentan a lo menos dos grupos hidroxílicos. Se prefieren los compuestos dihidroxílicos alifáticos, como el etilenglicol, el dietilenglicol o los alquilendiols (por ejemplo, el 1,4-butandiol).

10. La preparación de los productos de reacción que han de utilizarse según este invento se efectúa en presencia de disolventes orgánicos.

15. En calidad de disolventes orgánicos entran aquí en cuenta, en primer término, los disolventes orgánicos solubles en agua.

Como ejemplos de ellos cabe citar el dioxano, el isopropanol, el etanol y el metanol, el éter n-butílico de etilenglicol (= n-butilglicol) y el éter monobutílico de dietilenglicol.

20. Por otra parte, también es posible efectuar la reacción en presencia de disolventes orgánicos insolubles en agua, los mismos disolventes con los que se efectúa luego la aplicación a los géneros textiles.

385367



- En calidad de agentes tensioactivos para componer la preparación de productos de reacción utilizables según este invento, 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.
- 5.
10. Representantes apropiados de los compuestos tensioactivos pertenecen además a los tipos siguientes de compuestos:
- a) éteres de compuestos polihidroxicos, como alcoholes grasos polioxialquilados, polioles polioxialquilados, mercaptanos polioxialquilados y aminas alifáticas polioxialquiladas, alquifenoles y alquilnaftoles polioxialquilados, alquilarilmercaptanos polioxialquilados y alquilarilaminas polioxialquiladas; y asimismo los ésteres respectivos de estos compuestos con ácidos polibásicos (como el ácido sulfúrico o el fosfórico), eventualmente también en forma de sales amónicas o amínicas;
- 15.
- 20.
- 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
- 25.

385367



sorbita); y

c) N-hidroalquil-carbonamidas, carbonamidas polioalquiladas y sulfonamidas polioalquiladas.

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

- la sal monoetanolamínica del éster fosfórico del producto de adición a base de alcohol oleílico y 6 moles de óxido de etileno,
- 10. - 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;
- 15. - 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 etileno al alcohol $C_{16}H_{33}OH$,
- 20.

385367



- 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 $C_{18}H_{37}NH_2$;
- el éster trietilenglicólico de ácido oleico;
- 10. - 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;
- el aducto de 4 moles de óxido de etileno a 1 mol de éster sorbitánico de ácido oleico; y
- 15. - el monolaurato, el monopalmitato y el monoeste-
tearato de sorbitán.

Igualmente son aptas las mezclas de dichos compuestos tensioactivos.

- 20. Las preparaciones utilizables de acuerdo con este invento se preparan convenientemente desliendo los productos

385367



- de reacción, en presencia de dispersantes, en el disolvente orgánico insoluble en agua. Normalmente, el producto de reacción, que durante la preparación se presenta de preferencia en forma de solución orgánica, se disuelve o diluye con un disolvente polar, como un alcohol inferior (por ejemplo, etanol o, en particular, metanol), antes de la dispersión. De este modo se obtienen siempre dispersiones estables. La adición, indicada al principio, de ácidos carboxílicos de peso molecular bajo al baño de y
5. tratamiento se efectúa preferentemente antes de añadir el producto de reacción.
- 10.

- Otra posibilidad consiste en hacer primeramente una pasta del producto de reacción con el agente tensioactivo y luego incorporar la pasta, agitando, al disolvente insoluble en agua.
- 15.

- Por el procedimiento de este invento se logran sobre los géneros textiles tratados efectos de antiafiltramiento buenos y duraderos. El procedimiento tiene la ventaja de que se efectúa en campo débilmente ácido hasta neutro y no en campo alcalino.
- 20.

- Otra ventaja del procedimiento de este invento radica en que puede actuarse por el método de extracción, el cual depara mucho mejor igualdad del apresto que cuando se actúa con productos no substantivos por el método "Tauch-Rollier" o de rociadura.
- 25.

1385367



En las recetas de preparación y los ejemplos que siguen, los porcentajes son porcentajes en peso.

Recetas de preparación

=====

A.

5. Se disuelven en 53 g de n-butilglicol 98,8 g de una poliamida a base de ácido linólico polimerizado y dietilentriamina, con un peso de equivalentes de epóxido de 247, y se calienta a 50° C de temperatura interna. Luego se instila en el curso de 30 minutos una solución de 19,1 g de un epóxido formado a base de 2,2-bis-(4'-hidroxi-fenil)-propano y epiclorohidrina, con un peso de equivalentes de epóxido de 191, en 53 g de n-butilglicol. A los 45 minutos, una muestra resulta soluble con limpidez en ácido acético glacial / agua (2 : 19). Se añaden entonces
10. 15 g de ácido acético glacial y 335 g de percloroetileno y se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución flúida, con un contenido de materia seca del 20%.

B.

20. Se disuelven en 94 g de n-butilglicol 49,4 g de una poliamida según la receta A junto con 67,6 g de una solución al 80 % en n-butanol de un éter di- y tri-butíli-

385367



- co de hexametilmelamina y se calienta a 30° C de temperatura interna. A las 8 horas, una muestra resulta soluble con color opalino en ácido acético glacial / agua (1 : 10). Se añaden entonces 12 g de ácido acético glacial, 82 g de n-butilglicol y 200 g de percloroetileno y se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, de viscosidad mediana y con un contenido de materia seca del 20 %.
- 5.

C.

10. Se calientan a 150° C de temperatura interna, agitando y en el curso de 2 horas, 110 g (0,576 equivalentes de grupos epoxídicos) de un epóxido según la receta A junto con 88 g (0,314 equivalentes de grupos de ácido) de ácido linólico polimerizado. Se obtiene un producto límpido, muy viscoso, con un peso de equivalentes de grupos epoxídicos de 758 y un índice de acidez de 3.
- 15.

- 91,1 g de este epóxido se disuelven en 90 g de n-butilglicol y se calienta la solución a 50° C de temperatura interna. Luego se instila en el curso de 40 minutos una solución de 14,6 g de trietilentetramina en 15 g de n-butilglicol. A los 20 minutos, una muestra resulta soluble con límpidez en ácido acético glacial / agua (1 : 10). Se añaden entonces 18 g de ácido acético glacial, 87 g de butilglicol y 200 g de percloroetileno y
- 20.

385367



se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, flúida y con un contenido de materia seca del 20 %.

D.

5. a) Se calienta a 150^o C de temperatura interna, durante 2 horas, 95,5 g (= 0,5 equivalentes de epóxido) de un epóxido formado a base de 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano y epiclorohidrina, junto con 14,6 g (0,2 equivalentes de ácido) de ácido adípico. Se obtiene un producto límpido muy viscoso, con un peso de equivalentes de epóxido de 472 y un índice de acidez de 0.
10. b) Se depositan en un matraz de agitación 173,6 g (= 1,02 moles) de 1-amino-3-aminometil-3,5,5-trimetil-ciclohexano y, bajo nitrógeno, se calientan a 100^o C. Agitando, se añaden en el curso de 30 minutos 76,4 g (= 0,4 equivalentes epoxídicos) de un epóxido formado a base de 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano y epiclorohidrina, mientras se mantiene la temperatura de la reacción entre 110 y 120^o C. Al cabo de 30 minutos más, se añaden 120 g de n-butilglicol. Después de dejar enfriar en agitación, se obtiene una solución límpida, de viscosidad mediana. El contenido de grupos amínicos de esta solución es de 3,95 equivalentes por kg.
- 15.
- 20.

Se calientan a 55^o C de temperatura interna 101,2 g

385367

- (= 0,4 equivalentes amínicos) de la solución de b) y luego se hace afluir en el curso de una hora una solución de 47,2 g (= 0,1 equivalente epoxídico) del epóxido descrito en a) y 47,2 g de n-butilglicol. A los 40 minutos,
5. una muestra resulta soluble con limpidez en ácido acético glacial: agua = 1:15. Se agregan entonces 24 g de ácido acético glacial y 260 g de butilglicol y se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, flúida y con un contenido de materia seca del 20 %,

10.

Ejemplo 1

- Agitando, se añaden 3 g del preparado según la receta A, disueltos en 30 cc de etanol, a la solución de 10 g de un aducto de 1 mol de paratercinonilfenol y 5 moles de óxido de etileno en 970 cc de percloroetileno. Con la dispersión estable así obtenida se trata a 40° C durante 60 minutos 30 g de hilo de lana. Después de separar por centrifugación el líquido excedente, se seca a 80° C durante una hora y se fija. El hilo de lana así tratado tiene un apresto resistente al afieltramiento.
- 15.

20.

Ejemplo 2

- Agitando, se añaden 6 g del preparado según la receta B, disueltos en 50 cc de etanol, a la solución de 10 g de un aducto de 1 mol de para-tercinonilfenol y 5 mo-

385367



les de óxido de etileno en 950 cc de percloroetileno. Con la dispersión estable así obtenida se tratan a 65° C durante 40 minutos 60 g de hilo de lana. Después de eliminar con centrifugación el líquido excedente, se seca a 80° C durante 50 minutos y se fija.

5.

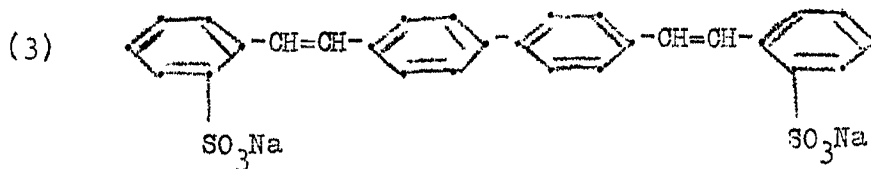
El hilo de lana así tratado tiene un apresto resistente al afieltramiento.

Se logra un apresto antiafieltrante igualmente bueno si, en lugar de percloroetileno, se emplea como disolvente el 1,1,1-tricloroetano.

10.

Ejemplo 3

4 g del preparado según la receta C, junto con 0,4 g de un aclarador óptico de la fórmula



y 5 g de ácido acético, se suspenden con 5 g de un aducto de 1 mol de paratercinonilfenol y 5 moles de óxido de etileno y luego se completa esta mezcla hasta 1000 cc con tricloroetileno. Agitando brevemente, se obtiene una dispersión estable, con la cual se tratan a 70° C durante 30 mi-

20.

385367



5. minutos 40 g de hilo de lana blanqueado. Después de eliminar por centrifugación el líquido sobrante, se seca a 80° C durante 45 minutos más y se fija. El hilo de lana así tratado tiene apresto resistente al afieltramiento y está aclarado ópticamente.

Ejemplo 4

10. Se forma una pasta con 30 g de preparado según una de las recetas A a D, junto con 60 g cada vez de un tensiuro de la composición que se indica más abajo, y se diluye la pasta hasta 6000 cc con bencina pesada (límites de ebullición, 155-195°C). Agitando brevemente, se prepara una dispersión estable. Con este líquido se tratan a 20° C, durante 20 minutos, 300 g de una pieza de punto, hecha de lana. Después de escurrir el líquido por centrifugación, se seca y se fija a la temperatura del ambiente
15. durante 3 días. La pieza de género de punto resulta resistente al afieltramiento.

En calidad de tensiuros sirven los productos siguientes:

20. 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.
- II: Ester ácido de ácido fosfórico de un producto



5. ta mezcla con percloroetileno. Luego se trata con este líquido hilo de lana, a 30°C y durante 30 minutos. Después de eliminar por centrifugación el líquido excedente, se seca durante 10 minutos a 100°C y se fija. El hilo de lana queda resistente al afieltramiento.

- . . -

N O T A

10. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de las solicitudes de patentes suizas nº 16658/69 del 10.11.69 y nº 14954/70 del 9.10.70.

15. 1.- Procedimiento para el apresto de géneros textiles y en particular para hacer la lana resistente al afieltramiento caracterizado por tratar en una primera fase géneros textiles por el procedimiento por agotamiento entre 20 y 80°C en un baño formado por una preparación integrada por un producto derivado de reacción entre una poliamida básica con un epóxido, un éter alquílico de un precondensado amino plástico o un producto de reacción de epóxido/ácido graso insaturado polimérico, o también un producto derivado de reacción entre una formación epóxido/ácido carboxílico orgánico en una amina o en una formación amina/epóxido, en presencia dichos productos de reacción de un disolvente orgánico insoluble en agua y de un dispersante tensioactivo soluble en el disolvente, y eventualmente un ácido carboxílico alifático de peso molecular bajo, eliminándose en una segunda fase el disolvente de los géneros textiles así tratados, preferentemente por el método de centri
- 20.
- 25.



fugación, y someter eventualmente los géneros textiles tratados a un proceso ulterior a temperaturas preferentemente entre 40 y 200°C.

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, en calidad de disolventes orgánicos constituyentes del medio de tratamiento se seleccionan, hidrocarburos bencínicos, benceno, bencenos halogenados o sustituidos con grupos alquílicos inferiores, hidrocarburos alicíclicos o hidrocarburos alifáticos halogenados, preferentemente tricloroetileno o percloroetileno.

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque particularmente, en calidad de composición reactiva, con la fibra textil se utiliza un producto derivado de la reacción entre una poliamida básica a base de ácidos grasos poliméricos insaturados y de polialquilenpoliaminas y un epóxido o un precondensado aminoplástico portador de grupos de éter alquílico, y, en una alternativa, se utiliza un producto formado en la reacción entre un derivado de epóxido que contiene por molécula a lo menos 2 grupos epoxídicos y de un ácido carboxílico orgánico que contiene por molécula a lo menos 2 grupos carboxílicos y una amina portadora a lo menos de dos grupos amínicos o un derivado de una amina portadora a lo menos de dos grupos amínicos por molécula con un epóxido portador a lo menos de dos grupos epoxídicos por molécula.

25. 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque específicamente, en calidad de composición reactiva con la fibra textil, se selecciona el producto derivado de la reacción a temperaturas de 80°C a lo

385367



- sumo, en presencia de disolventes orgánicos y en la relación de equivalentes de 1 : 1 a 1 : 5, de epóxidos con poliamidas básicas a base de ácidos grasos insaturados poliméricos, de preferencia dímeros hasta trímeros, y de polialquilenpoliaminas, con formación de compuesto de poliadición solubles o dispersables en agua, y cuidando por adición de ácido, a lo más tardar al final de la reacción, de que una muestra de la mezcla reaccional, después de añadirle agua, tenga un pH de 2 a 8; o bien, el producto derivado de la reacción entre precondensados aminoplásticos portadores de grupos de éter alquílico, en presencia de disolventes orgánicos, y poliamidas básicas a base de ácidos grasos poliméricos insaturados y de polialquilenpoliaminas, con formación, en este caso, de compuestos solubles en agua, y cuidando por adición de ácido, a lo más tardar inmediatamente después de terminada la reacción, de que una muestra de la mezcla reaccional, después de adición de agua, tenga un pH de 2 a 8.
- 5.
- 10.
- 15.

- 5.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque más especialmente, en calidad de composición reactiva con la fibra textil se selecciona el producto derivado de la reacción entre a lo menos, un epóxido que contiene por molécula a lo menos dos grupos epoxídicos y a lo menos un ácido carboxílico orgánico que contiene a lo menos dos grupos carboxílicos por molécula, en la reacción de equivalencia de grupos de epóxido a grupos de ácido de 1 : 0,1 a 0,8, con, a lo menos una amina portadora a lo menos de dos grupos amínicos, de los que cada uno presenta a lo menos un átomo de hidrógeno ligado a nitrógeno, y, en la alternativa, se selecciona asimismo co-
- 20.
- 25.



mo composición reactiva con la fibra textil el producto formado en la reacción de la citada amina con un epóxido que contiene por molécula a lo menos dos grupos epoxídicos, en la relación de equivalencia de hidrógeno ligado a aminonitrógeno respecto a grupos de epóxido de 3 : 1 a 11 : 1, en presencia de un disolvente orgánico y en la relación de equivalencia de grupos de epóxido a hidrógeno ligado a aminonitrógeno de 1 : 2 a 1 : 10, y cuidando por adición de ácido, a lo más tardar al final de la reacción, de que una muestra de la mezcla reaccional tenga, después de diluída con agua, un pH de 2 a 8.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en calidad de dispersante tensioactivo soluble en compuestos orgánicos, integrante del medio reaccional, se eligen compuestos no iónicos o anionactivos, en particular los que se derivan de la yuxtaposición de óxido de etileno a aminas de cadena larga, alcoholes, fenoles o ésteres de ácido graso.

7.- Procedimiento para el apresto de géneros textiles.

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

Madrid, a 9 de Noviembre 1970

p.a.

JAIMÉ ISERN

P. P.

Firmado: FELIPE PRIETO