CASE 1-8328/+

P A T E N T E

D E

I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA HACER INAFIELTRABLE LA LANA", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se conoce el apresto de la lana, haciéndola inafieltrable e inencogible, por oxidación química (por ejemplo, con cloro, permanganato o ácido persulfúrico) o por la aplicación de polímeros. La patente británica 716 806 describe el empleo de ácido monopersulfúrico con tratamiento consecutivo de reducción.

C.A. Anderson y colaboradores describen en Textilveredlung 5, 846-854 (1970), un procedimiento para el peinado de lana, a base de un tratamiento previo con la sal potásica del ácido dicloro-isocianúrico y persulfato potásico, seguido (después de un tratamiento reductivo con

POOR QUALITY

bisulfito sódico) de una aplicación de polímero. Los polímeros utilizados son productos de reacción de poliamida-epiclorohidrina.

Se conoce además el empleo, para hacer inafieltrable la lana, de soluciones o dispersiones acuosas de compuestos que contienen grupos epoxídicos grasos o resinosos, lo mismo que agentes de acción clorante u oxidante. Epóxidos grasos son, por ejemplo, los productos de epoxidación de ácidos grasos insaturados, mientras que en concepto de epóxidos resinosos entran en cuenta, por ejemplo, los ésteres glicídicos del ácido succínico o del ácido sebácico, los éteres glicídicos de la glicerina o los productos de la polimerización de ésteres glicídicos de ácido metacrílico o éteres alil-glicídicos.

Los efectos antiafieltrantes conseguibles con estos procedimientos de apresto bastan parcialmente en comdiciones suaves de lavado y no conducen a ninguna influencia desventajosa en las demás propiedades de la fibra. Sin embargo, para obtener género con apresto sólido al afieltramiento y al encogimiento y que resista al lavado a máquina, o sea que se mantenga ampliamente inafiltrado e inencogido en las condiciones de un lavado a máquina, los procedimientos de aplicación conocidos no son suficientes. Ahora se ha descubierto que mediante la aplicación simultánea de sales ácidas del ácido monopersulfúrico y productos de reacción poliméricos especiales puede obtenerse lana con apresto antiafieltrante e inencogible ajustado a las normas.

Objeto de este invento es pues un procedimiento para hacer inafieltrable la lana, caracterizado por tratar-

7 AGO. 1973

se ésta, a temperatura de 20 a 100º C, con preparaciones acuosas que contienen:

1) Sales ácidas de álcali, de amonio o de amina del ácido monopersulfúrico;

2) productos de reacción a base de epóxidos, aminas grasas y ácidos dicarboxílicos en los que la relación de equivalentes de los grupos epoxídicos al hidrógeno ligado a aminonitrógeno y a los grupos de ácido carboxílico es de 1:(0,1-1):(1-1,55);

3) aductos, esterificados con oxácidos, a lo menos dibásicos, de aminas grasas con 12 a 22 átomos de carbono y 6 a 30 moles de óxido de etileno;

y, eventualmente,

4) un agente suavizador del tacto,

y a continuación someterse la lana a un tratamiento ulterior de reducción.

En calidad de componente 1) se emplean las sales ácidas de potasio ($KHSO_5$), sodio ($NaHSO_5$) y amonio (NH_4HSO_5) del ácido monopersulfúrico. Por otra parte, pueden utilizarse también sales amínicas, como, por ejemplo, sales de alquil- o alcanol-amina.

Productos de reacción apropiados del componente 2) son los productos de reacción solubles o dispersables en agua a base de epóxidos, aminas grasas y ácidos dicarboxílicos que se obtienen mediante reacción, en presencia de un disolvente orgánico, de a lo menos

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

b) una amina grasa con 12 a 24 átomos de carbono;

y

c_1) un ácido dicarboxílico alifático, saturado, con 7 átomos de carbono a lo menos;

y eventualmente

c_2) un anhídrido de un ácido dicarboxílico aromático con 8 átomos de carbono a lo menos, o de un ácido monocarboxílico alifático con 2 átomos de carbono a lo menos, o de un ácido dicarboxílico con 4 átomos de carbono a lo menos;

y eventualmente uno o más de los componentes siguientes:

d) un precondensado aminoplástico provisto de grupos de éter alquílico;

e) un diol alifático con 2 a 22 átomos de carbono; y

f) un compuesto orgánico polifuncional (de preferencia difuncional) que presente como grupos o átomos funcionales halógeno móvil, grupos de vinilo o de éster o un grupo, a lo sumo, de ácido, de nitrilo, de hidroxilo o de epóxido junto, a lo menos, con otro grupo funcional o un átomo del tipo que se ha indicado,

y eventualmente tratamiento, eventualmente a temperatura elevada, con

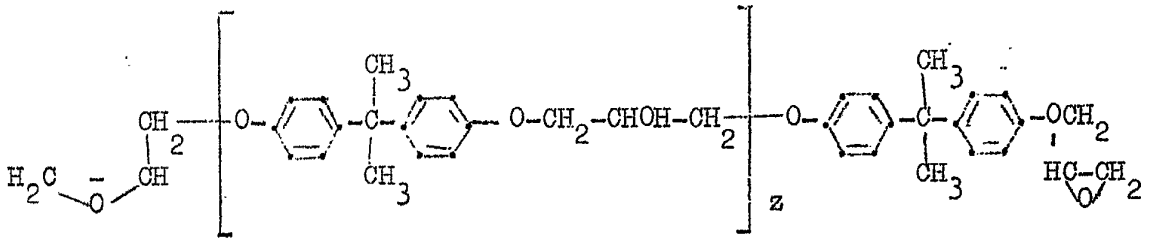
g) amoníaco o una base orgánica soluble en agua.

La mezcla reaccional se ajusta eventualmente, por adición de más amoníaco o más base orgánica soluble en agua, a pH de 5 a 12 y respectivamente de 7,5 a 12, pero preferentemente de 8 a 10. Para averiguar el pH, se diluye con agua en la relación de 1:1, por ejemplo, una muestra de la mezcla reaccional.

Los epóxidos de los que se obtiene el

componente a) se derivan preferentemente de fenoles o polifenoles polivalentes, como la resorcina y los productos de condensación de fenol-formaldehído del tipo de los resoles o las novolacas. Se prefieren especialmente 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'-hidroxifenol)-propano.

Cabe citar en especial los epóxidos del 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano que tienen un contenido de epóxido 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



(1)

en la que

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

Estos epóxidos se obtienen mediante reacción de epiclorohidrina con 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano.

Como componentes b) de buena aptitud se han revelado sobre todo las monoaminas grasas con 12 a 24 átomos de carbono. Se trata normalmente de aminas de la fórmula

(2) $H_3C - (CH_2)_x - NH_2$

en la que

X representa un número entero por valor de 11 a 23 y preferentemente de 17 a 21.

En el caso de estas aminas se trata pues, por ejemplo, de laurilamina, palmitilamina, estearilamina, araquidilamina o behenilamina. También entran en consideración las mezclas de estas aminas, como las que son asequibles en forma de productos industriales.

Como componente c_1) ventajoso se han revelado sobre todo los ácidos alquilendicarboxílicos con 7 a 14 átomos de carbono. Se trata normalmente de ácidos dicarboxílicos de la fórmula

(3) $HOOC - (CH_2)_y - COOH$,

en la que

Y significa un número entero por valor de 5 a 12, y preferentemente de 6 a 10.

Como componente c_1) entran pues en cuenta, por ejemplo, ácidos dicarboxílicos como el ácido pimélico, el ácido subcrínico, el ácido acelaico, el ácido sebácico, el ácido nona-dicarboxílico, el ácido decan-dicarboxílico, el ácido undecan-decarboxílico o el ácido dodecan-dicarboxílico.

El componente c_1) puede utilizarse por sí solo o junto con el componente C_2). Se prefiere emplear como componente c_2) un anhídrido de un ácido dicarboxílico aromático monocíclico o dicíclico con 8 a 12 átomos de

1973

carbono, o de un ácido dicarboxílico alifático con 4 a 10 átomos de carbono, o de un ácido monocarboxílico con 2 átomos de carbono a lo menos, como, por ejemplo, el ácido acético. Han demostrado ser muy ventajosos en este caso los anhídridos de un ácido dicarboxílico aromático monocíclico con 8 a 10 átomos de carbono. Particular interés presenta el anhídrido ftálico, eventualmente substituído con metilo.

En calidad de componente c_2) entran pues en consideración los anhídridos, como, por ejemplo, el anhídrido maleico, el anhídrido ftálico o el anhídrido acético. Siempre que para la preparación de los productos de reacción se emplee al mismo tiempo el componente d), su proporción, respecto al total de las componentes a), b), c) y d), será de 10 a 60 % en peso, y en particular de 20 a 25 % en peso.

Los precondensados aminoplásticos que sirven de componente d) son compuestos metilólicos completamente eterificados, o en particular parcialmente eterificados, de aminoplastógenos provistos de nitrógeno como la urea y los derivados de urea (por ejemplo, etilenurea, propilenurea o glioxalmonoureína).

Pero de preferencia entran en consideración las metilol-aminotriacinas eterificadas, como, por ejemplo, los éteres alquílicos de la melamina muy metilolada cuyos radicales alquílicos contienen de 1 a 4 átomos de carbono. En calidad de radicales alquílicos entran en cuenta, entre otros, los radicales de metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo y asimismo n-hexilo.

Además de estos radicales alquílicos, pueden también hallarse en la molécula todavía otros radicales; por ejemplo, radicales poliglicólicos. Se prefieren, por lo demás los éteres n-butílicos de una melamina muy metilolada que contenga de 2 a 3 grupos de butilo normal en la molécula. Por melaminas muy metiloladas deben entenderse aquí las que presentan por término medio a lo menos 5 grupos de metilol, y de conveniencia alrededor de 5,5 grupos de metilol.

En el caso del empleo conjunto del componente e) para la preparación de los productos de reacción, los dioles en cuestión son preferentemente dioles alifáticos con 2 a 6 átomos de carbono cuyas cadenas de carbono están eventualmente interrumpidas por átomos de oxígeno. Particular interés presentan los alquilendioles con 2 a 6 átomos de carbono o el di - o el trietilenglicol. Entre los alquilendioles de 2 a 6 átomos de carbono que se emplean especialmente con ventaja cabe señalar, por ejemplo, el etilenglicol, el butandiol-1,4 o sobre todo, el hexandiol-1,6.

El componente facultativo f), polifuncional, pero preferentemente difuncional, contiene en calidad de grupos o átomos funcionales átomos de halógeno (de preferencia unidos a un radical alquílico), grupos de éster vinílico o carboxílico o a lo sumo un grupo de epóxido, de ácido carboxílico o de hidroxilo junto con otro grupo funcional u otro átomo del tipo indicado. Se trata aquí en particular de compuestos orgánicos difuncionales que contienen, como grupos o átomos funcionales, átomos de cloro o de bromo

ligados a un radical alquílico, grupos de éster alquílico de ácido vinílico o carboxílico o a lo sumo un grupo de epóxido o de ácido carboxílico junto con otro grupo funcional u otro átomo del tipo indicado.

Compuestos orgánicos difuncionales particularmente idóneos son los alifáticos. Se trata, por ejemplo, de epihalogenhidrinas, como la epibromohidrina o, sobre todo, la epiclohidrina.

Otros compuestos difuncionales que entran en cuenta son, por ejemplo, la glicerinodiclorohidrina, el ácido acrílico, la metilolacrilamida y el acrilonitrilo.

En el caso del componente g), se trata de conveniencia de una monoamina alifática terciaria, de amoníaco o de una amina que contiene a lo menos dos grupos amínicos y átomos de nitrógeno exclusivamente básicos y en la que los grupos amínicos presentan a lo menos un átomo de hidrógeno ligado a nitrógeno.

Aminas terciarias preferidas son las trialquilaminas con 3 a 12 átomos de carbono; por ejemplo, la trietilamina, la tri-n-propilamina o la tri-n-butilamina.

Las diaminas utilizables como componentes g) pueden ser alifáticas o cicloalifáticas y presentan de preferencia 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. Por otra parte, puede utilizarse también simplemente como componente g) el amoníaco. No obstante, se prefiere emplear como componente g) las aminas alifáticas o cicloalifáticas diprimarias.

En calidad de aminas alifáticas son aptas

aquí sobre todo las poliaminas, como la dietilentriamina, la trietilentetramina o la tetraetilenpentamina, es decir, las aminas de la fórmula

(4) $H_2N-(CH_2-CH_2-NH)_n-CH_2-CH_2-NH_2$

en la que

n es igual a 1, 2 ó 3.

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

En calidad de aminas cicloalifáticas son aptas sobre todo las diaminas cicloalifáticas diprimarias que, además de los dos átomos de aminonitrógeno, contienen únicamente carbono e hidrógeno y que presentan un anillo carboxílico saturado pentagonal hasta hexagonal, 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.

La preparación de los productos de reacción puede realizarse por métodos ya conocidos en los cuales los componentes se hacen reaccionar entre sí en diverso orden de sucesión. De conveniencia se hacen reaccionar entre sí primeramente los componentes a) y b) o a), b) y c_1). La reacción del componente c_1) con los componentes ya reaccionados a) y b) puede efectuarse también al mismo tiempo que con el componente e). Con los componentes d) y respectivamente f) se hace reaccionar normalmente tan

sólo al final, o sea antes del tratamiento con el componente g). Así pues, de una parte es posible hacer reaccionar al mismo tiempo entre sí primeramente los componentes a), b) y c_1) y eventualmente c_2) y a continuación, eventualmente, hacerlos reaccionar con los componentes d), e) y f). En esta variante del procedimiento, los componentes a), b) y c) se hacen reaccionar entre sí convenientemente a temperaturas de 80 a 120º C, y preferentemente de 100º C, para lo cual es ventajoso elegir las proporciones cuantitativas de modo que, con una equivalencia de grupos epoxídicos de 1, la relación de equivalentes del hidrógeno ligado a aminonitrógeno respecto a los grupos de ácido carboxílico sea de 0, 1 : 1 a 1: 0,55.

Por otra parte, es también posible hacer reaccionar entre sí primeramente los componentes a) y b) solos y a continuación hacerlos reaccionar con el componente c_1) y eventualmente, en una tercera etapa, con el componente d), e) o f). La preparación de los productos de reacción a base de a) y b) por esta segunda variante se efectúa de conveniencia igualmente a temperatura de 80 a 120º C, y preferentemente a unos 100º C. La reacción en la segunda etapa con el componente c_1) se efectúa de conveniencia a temperatura de 80 a 110º C y preferentemente alrededor de 100º C, en cuyo caso es ventajoso elegir las proporciones cuantitativas de modo que, con una equivalencia de grupos epoxídicos de 1, la proporción de equivalentes del hidrógeno ligado a aminonitrógeno respecto a los grupos de ácido carboxílico sea de 0,1 : 1 a 1:0,55.

La proporción de epóxido a) respecto a amina

1973

grasa b) y ácido c_1) o respectivamente anhídrido c_2) se elige según este invento de modo que se emplee un defecto de epóxido, para que a la suma de los grupos amínicos y ácidos corresponda menos de un grupo epoxídico. Los productos de la reacción contienen pues grupos terminales carboxílicos, pero carecen de grupos epoxídicos.

El producto de reacción provisto de grupos de ácido carboxílico presenta normalmente un índice de acidez de 20 a 80, y preferentemente de 25 a 50.

La reacción con el componente d) se efectúa por lo general a temperaturas de 60 a 105º C y preferentemente alrededor de 100º C. La mayoría de las veces esta reacción se desarrolla en presencia de pequeñas cantidades de disolventes orgánicas, como, por ejemplo, n-butanol.

La reacción con el componente e) se realiza, tal como ya se ha expuesto, al mismo tiempo que con el componente c_1).

La reacción con el componente f) se efectúa antes del tratamiento con el componente g), a temperaturas de unos 60 a 120º C.

El tratamiento con el componente g) puede realizarse a la temperatura del ambiente o a temperatura elevada, para que se produzca, o bien sólo una neutralización con formación de sal o bien, siempre que no se empleen aminas terciarias, una auténtica reacción. En ambos casos se originan sin embargo productos de poliadición solubles o dispersables en agua, si se procura, a lo más tardar una vez terminada la reacción y eventualmente por adición de

una base, que una muestra de la mezcla reaccional, diluída con agua, presente un pH de 5 a 12 o respectivamente de 7,5 a 12, pero preferentemente de 8 a 10. Para esto se utilizan, por ejemplo, bases inorgánicas u orgánicas, y con ventaja bases de fácil volatilidad, como el amoníaco. Por otra parte, es ventajoso actuar, en una reacción con g), a temperaturas de 80º C a lo sumo; por ejemplo, de 60 a 70º C. Cuando se emplea amoníaco o una amina terciaria como componente g), es conveniente hacer la reacción a la temperatura del ambiente. Las soluciones o dispersiones así obtenidas, eventualmente tratadas con base y de conveniencia ajustadas con un disolvente orgánico o con agua a un contenido de 10 a 40 % de producto de reacción, se distinguen por gran estabilidad.

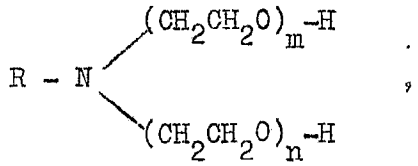
En calidad de disolventes orgánicos en cuya presencia se preparan los productos de reacción entran en cuenta en primer término los disolventes orgánicos solubles en agua, y de conveniencia los que son miscibles con el agua en cualquier proporción. Como ejemplos cabe mencionar el dioxano, el isopropanol, el etanol y el metanol, el éter n-butílico de etilenglicol (= n-butilglicol), el éter monobutílico de etilenglicol y la dimetilformamida.

De otra parte, también es posible efectuar la reacción en presencia de disolventes orgánicos insolubles en el agua; por ejemplo, en hidrocarburos, como la bencina, el benceno, el tolueno y el xileno; o en hidrocarburos halogenados, 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 y, sobre todo, el tricloroetileno.

Los aductos de amina grasa-óxido de etileno esterificados que se emplean como componente 3) se derivan de aminas grasas que contienen radicales de hidrocarburos alifáticos con 12 a 22 átomos de carbono, y preferentemente 16 a 28 átomos de carbono. Los radicales de hidrocarburos alifáticos pueden ser saturados o insaturados, ramificados o, de preferencia, no ramificados.

En concepto de materias fundamentales entran en cuenta alquilaminas homogéneas de peso molecular alto o también mezclas como las que se producen en la transformación de mezclas naturales de ácidos grasos (por ejemplo, ácido graso de sebo) en las respectivas aminas. A título de aminas cabe señalar en detalle la dodecilamina, la hexadecilamina, la estearilamina, la octadecilamina, la araquidilamina ($H_3C-(CH_2)_{19}-NH_2$), la behenilamina ($H_3C-(CH_2)_{21}-NH_2$) y la octodecenilamina.

Por reacción de estas aminas con óxido de etileno se obtienen de manera conocida compuestos poliglicólicos de la fórmula



donde

R significa un radical de hidrocarburo alifático, de preferencia no ramificado, con 2 a 22 átomos de carbono y la suma

(m + n) significa un número entero por valor de 6 a 30 y preferentemente de 7 a 16.

La esterificación se realiza convenientemente con derivados funcionales de oxácidos a lo menos dibásicos, en condiciones tales que se introduzca a lo menos un grupo de éster ácido, preferentemente en forma de una sal alcalina, amónica o amínica. En concepto de ácidos orgánicos polibásicos para la formación de los ésteres ácidos pueden emplearse ácidos policarboxílicos orgánicos o ácidos carboxilico-sulfonicos orgánicos (por ejemplo, ácido maleico o ácido succínico-sulfónico) u oxácidos inorgánicos polibásicos (como el ácido fosfórico o de preferencia, el ácido sulfúrico) y respectivamente derivados funcionales de estos ácidos (como anhídridos, haluros o amidas). Los ésteres ácidos de ácido sulfúrico se preparan con ventaja directamente en forma de sus sales amónicas, calentando las materias de partida, en presencia de urea, con ácido amidosulfónico. A continuación se preparan de conveniencia soluciones acuosas diluídas de los ésteres.

En calidad de agente de reducción son aptas, además de los sulfuros y sulfhidratos alcalinos y alcalinotérreos, también las hidroxilaminas (por ejemplo, el sulfato o los tiosulfatos de hidroxilamina) y, sobre todo, las sales del ácido sulfuroso, como, por ejemplo, los sulfitos e hidrosulfitos del litio, del sodio, del potasio, del magnesio, del calcio, del estroncio, del bario, del aluminio, del cinc o del manganeso o las sales amónicas. Se prefieren los sulfitos e hidrosulfitos sódicos y potásicos.

La combinación de los componentes 1) hasta 3) y eventualmente 4) puede emplearse para el aprosto de géneros textiles, y particularmente para hacer inafieltrable

la lana o respectivamente las mezclas de fibra que contienen lana, como, por ejemplo, las mezclas de lana con poliamida sintética, poliéster, poliacrilonitrilo o materiales de fibra celulósicos, para lo cual se impregna la lana con un baño acuoso al que se han agregado los componentes y, si se quiere, en pequeñas cantidades todavía otros aditivos, como humectantes, dispersantes y sales, y luego se seca. El procedimiento se realiza convenientemente humectado previamente la lana, añadiendo a continuación al mismo baño primeramente las sales ácidas del ácido monopersulfúrico y luego los componentes 2) y 3) y tratando la lana a temperaturas de 20 a 100º C y con pH de 2 a 5, y preferentemente de 3 a 5. Las proporciones adecuadas para el baño se hallan entre 1:10 y 1: 70.

A continuación puede realizarse en el mismo baño el tratamiento ulterior de reducción, centrifugarse el material aprestado y secársele (por ejemplo, a temperatura de 40 a 120º C). La cantidad del componente 1), respecto al peso de la lana, es aproximadamente de 1 a 5 %.

La cantidad del componente 2) (sin contar el disolvente ni el agua) respecto al peso de la lana es convenientemente de 0,5 a 5 %, y preferentemente de 1,2 a 4%. Las cantidades para el aducto de amina-óxido de etileno son de 0,01 a 2 % respecto al peso de la lana. Como ya se ha dicho, se actúa a temperaturas de 20 a 100º C, y preferentemente de 35 a 100º C, con las cuales se necesitan, para una fijación del producto de poliadición muy avanzada hasta prácticamente completa, entre 5 y 60 minutos la

1975

mayoría de las veces.

El baño que sirve para el tratamiento antiafiltrante contiene, además de la preparación del producto de poliadición y del aducto esterificado de amina-óxido de etileno, todavía la cantidad de ácido o de base (por ejemplo, de ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido oxálico o, en particular, ácido acético o amoníaco y bicarbonato sódico) necesaria para el ajuste del pH. Por otra parte, pueden emplearse también otras sales, como el sulfito sódico o el diosulfato sódico. Pero los baños pueden contener todavía otros aditivos usuales, como agentes suavizadores del tacto o agentes de blanqueo (por ejemplo, peróxido de hidrógeno).

Agentes suavizadores del tacto apropiados como componente 4) son, por ejemplo, las emulsiones de aceite, grasa y cera, los productos de condensación de ácido graso o también las emulsiones de polietileno, polietilenglicol, siloxano y aceite de silicona. En ocasiones pueden utilizarse también mezclas de dichos agentes suavizadores del tacto.

En calidad de productos de condensación de ácido graso entran en cuenta, por ejemplo; las metilolamidas de ácido graso, eventualmente hechas reaccionar con ácido tioglicólico o precondensados aminoplásticos, y los productos de reacción de ácido graso-polialquilenpoliamina, eventualmente hechos reaccionar con óxido de etileno u otros epóxidos o productos de reacción de epóxido. Los ácidos grasos contienen de 12 a 24, y preferentemente de 16 a 22, átomos de carbono, como, por ejemplo, el ácido

palmítico, el ácido esteárico, el ácido aráquico o el ácido behénico.

Los agentes suavizadores del tacto se añaden, preferentemente en forma emulsionada, a los baños que contienen los agentes contra el afieltramiento; pero también pueden añadirse a los baños agotados o a los baños extensamente agotados y aplicarse en forma de un tratamiento posterior. Las emulsiones de agente suavizador del tacto contienen alrededor de 10 a 30 % en peso de substancia activa. La cantidad de aplicación para una emulsión al 20 % es aproximadamente de 0,5 a 4 % en peso respecto al peso de la lana.

Son particularmente aptas, por ejemplo, las mezclas de agentes suavizadores del tacto que contienen, por ejemplo, de 50 a 80 partes en peso de un polietileno (contiene grupos carboxílicos anoxidados) y de 20 a 50 partes en peso de un producto de condensación a base de ácidos grasos insaturados, dimerizados, y polialquilenpoliaminas (como, por ejemplo, dietilentriamina y trietilentetramina) o de 50 a 80 partes en peso de dicho polietileno, de 10 a 30 partes en peso de parafina (de punto de fusión entre 50 y 70º C) y de 10 a 20 partes en peso del citado producto de condensación. Los ácidos grasos insaturados dímeros pueden derivarse, por ejemplo, de ácidos grasos insaturados con 16 a 22 átomos de carbono; preferentemente se emplea ácido linólico, ácido linolénico, ácido eleosteárico o ácido clupanodónico.

En ocasiones pueden mezclarse también pequeñas cantidades de aceite de silicona. Junto a la mejora de

7 AGO. 197

la suavidad del tacto de los substratos, se logra con los agentes suavizadores del tacto una mejora suplementaria del efecto antiafieltrante.

El material aprestable según este procedimiento puede utilizarse en cualquier estado de elaboración; por ejemplo, en forma de peinado, filamento, bobina cruzada, tejido o género de punto. Por otra parte, puede estar teñido o sin teñir, y el material teñido no experimenta ningún cambio de matiz por el apresto antiafieltrante, sino que más bien éste constribuye a fijar más los colorantes.

Mediante el procedimiento de este invento se consiguen efectos antiafieltantes muy buenos sobre los materiales de lana, sin que se llegue a influir negativamente en el tacto. El efecto antiafieltrante logrado es notablemente mejor que los efectos que producen los componentes solos (compuesto de ácido persulfúrico o respectivamente polímero) y también mejor que la suma de los efectos de los componentes individuales. Con el procedimiento conforme a este invento se obtiene género lavable a máquina, lo cual significa un importante progreso técnico en el campo del apresto antiafieltrante de la lana.

Empleando las preparaciones en combinación con un aminoplasto sobre géneros textiles, y particularmente sobre algodón, se consigue un efecto de "soil-release" resistente al lavado. También es posible con estas preparaciones impartir a los géneros textiles apresto "sin plancha".

Por otra parte, mediante los aprestos con los productos de reacción aquí expuestos se mejoran también las

7.480.1973

propiedades mecánicas del material tratado; por ejemplo, la resistencia al desgarre, el alargamiento en la rotura, la resistencia al frote y la tendencia al "pilling".

En los ejemplos que siguen, los porcentajes y las partes se refieren al peso. La comprobación del efecto antiafieltrante se realiza según la especificación 72 de la JWS, procediendo de la manera siguiente: Se introduce el material aprestado en un baño acuoso (proporción de líquido, 1:15), a 40º C y con pH de 7 (amortiguación por fosfato), y se le trata durante 180 minutos. Encogimiento máximo admisible : 10 %. Esta prueba corresponde aproximadamente a unos 100 lavados a máquina en programa normal hasta 60º C.

Ejemplo 1

En atmósfera de nitrógeno y a 100º C de temperatura interna, se agitan durante 2 horas 98 g de un epóxido (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) formado a base de 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano y epiclorohidrina, junto con 54,2 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,35 equivalentes de grupos amínicos) y 47 g de ácido acelaico (0,5 equivalentes de grupos ácidos). Luego se añade una solución al 80 %, en n-butanol, de 54, 2 g de éter di-y tri-butílico de hexametilolmelamina (o sea una mezcla de éter di- y tri-n-butílico de una melamina de alta eterificación metilólica) y se agita todavía una hora a 100º C. Mediante dilución con 240 g de éter monobutílico de etilenglicol, se obtiene un producto al 50 %, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 46,4.

121 g del producto al 50 % que se ha descrito (0,05 equivalentes de grupos ácidos) se calientan a 60º C de temperatura interna junto con 12,2 g de trietilentetramina (0,5 equivalentes de grupos amínicos), durante una hora. Después de diluir con 225 g de éter monobutílico de etilenglicol, se obtiene una solución límpida. El preparado es diluíble con agua y presenta un pH de 9,7.

Ejemplo 2

Se agitan en atmósfera de nitrógeno y a 100º C de temperatura interna, durante 2 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido que se ha descrito en el Ejemplo 1, junto con 54,2 g (0,35 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y junto con 60,6 g (0,6 equivalentes de grupos ácidos) de ácido sebácico. Luego se añade una solución al 80 %, en n-butanol, de 54,2 g de éter di- y tri-n-butílico de hexametilolmelamina y se agita todavía a 100º C por una hora. Mediante dilución con 253 g de éter monobutílico de etilenglicol, se obtiene un producto al 50 % de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 58,4.

192 g del producto al 50 % que se ha descrito (0,1 equivalentes de grupos de ácido) se agita a 60º C de temperatura interna junto con 24,4 g de trietilentetramina (1,0 equivalentes de grupos amínicos), durante una hora.

Después de diluir con 371,6 g de éter monobutílico de etilenglicol y de añadir 9 g de amoníaco al 24 %, se obtiene una solución límpida que es ilimitadamente miscible con el agua. El pH asciende a 9,8.

Ejemplo 3

Se agitan en atmósfera de nitrógeno y a 100º C de temperatura interna, durante 5 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 54,2 g (0,35 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y junto con 50,5 g (0,5 equivalentes de grupos ácidos) de ácido sebácico. Luego se añade una solución al 80 %, en butanol, de 54,2 g de éter di- tri-butílico de hexametilolmelamina y se agita a 100º C por una hora todavía. Mediante dilución con 243 g de éter monobutílico de etilenglicol, se obtiene un producto al 50 %, de viscosidad mediana y con índice de acidez de 45.

124, 2 g del producto al 50 % que se ha descrito (0,05 equivalentes de grupos de ácido) se agitan a 60º C de temperatura interna junto con 12,2 g de trietilentetramina (0,5 equivalentes de grupos amínicos), durante una hora. Después de diluir con 226 g de éter monobutílico de etilenglicol, se obtiene una solución límpida, que es ilimitadamente miscible con el agua. El pH asciende a 9,5.

Ejemplo 4

Se agitan en atmósfera de nitrógeno y a 100º C de temperatura interna, durante dos horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 54,2 g (0,35 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano

y junto con 45,4 g (0,45 equivalentes de grupos de ácido) de ácido sebácico. Luego se añade una solución al 80 %, en butanol, de 54,2 g de éter di- y tri-butílico de hexametilolmelamina y se agita a 100º C durante una hora todavía. Mediante dilución con 238 g de éter monobutílico de etilenglicol, se obtiene un producto al 50 %, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 41,3.

135,5 g del producto al 50 % que se ha descrito (0,05 equivalentes de grupos ácidos) se agitan a 60 º C de temperatura interna junto con 12,2 g de trietilentetramina (0,5 equivalentes de grupos amínicos), durante una hora. Después de diluir con 242 g de éter monobutílico de etilenglicol y de añadir 6,4 de amoníaco al 24 %, se obtiene una solución límpida que es ilimitadamente miscible con el agua. El pH asciende a 9,9.

Ejemplo 5

Se agitan en atmósfera de nitrógeno y a 100º C de temperatura interna, durante dos horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 54,2 g (0,35 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos). Después de diluir con 202,7 g de éter monobutílico de etilenglicol, se obtiene un producto al 50 %, de viscosidad mediana y con índice de acidez de 57,8.

145,5 g del producto al 50 % que se ha descrito (0,075 equivalentes de grupos de ácido) se calientan

7 AGO. 1973

a 60º C de temperatura interna junto con 18,3 g de trietilentetramina (0,75 equivalentes de grupos amínicos), durante una hora. Después de diluir con 281 g de éter monobutílico de etilenglicol, se obtiene una solución límpida, que es ilimitadamente miscible con el agua. El pH asciende a 10,1.

Ejemplo 6

Se agitan a 100º C durante 3 horas 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido que se ha descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 40,1 g de ácido pimélico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se agita por 3 horas todavía a 100º C de temperatura interna. A continuación se diluye con 119 g de n-butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con índice de acidez de 70.

150 g del producto al 50 % que se ha descrito se mezclan con 25 g de trietilamina y con 12 g de n-butilglicol. Se obtiene una solución límpida cuyo contenido de materia seca es del 40 %. Una muestra de esta solución, diluída con agua desionizada (1 : 20), presenta un pH de 10,5.

De manera análoga se procede con los productos preparados según los Ejemplos 7 a 24, 26 a 28 y 29 a 35 que siguen.

Ejemplo 7

Se agitan a 100º C de temperatura interna

durante 3 horas 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido según el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de butilglicol. Luego se añaden 58,6 g de ácido dodecandicarboxílico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se sigue agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas. Después de diluir con 137 g de n-butilglicol, se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 65,5.

Ejemplo 8

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido según el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentesde grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de butilglicol. Luego se añaden 14,75 g de hexandiol-1,6 (0,25 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se prosigue agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. A continuación se diluye con 144 g de n-butilglicol y se continúa la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 63.

Ejemplo 9

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 5 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido según el Ejemplo 1, junto con 54,2 g (0,35 equiva-

lentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de n-butilglicol. Luego se agregan 60,6 g de ácido sebácico (0,6 equivalentes de grupos ácidos) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 5 horas. Después de añadir 16,2 g de epiclorohidrina (0,175 moles), se agita a 100º C de temperatura interna por 5 horas todavía. A continuación se diluye con 179 g de n-butilglicol y se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, medianamente viscoso y con índice de acidez de 64.

Ejemplo 10

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 5 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido según el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y 7,4 g de anhídrido ftálico (0,1 equivalente de grupos ácidos) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 5 horas más. Se agregan 9,25 g de epiclorohidrina (0,1 mol) y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 5 horas todavía. A continuación se diluye con 146 g de n-butilglicol y se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, flúido y con un índice de acidez de 67.

Ejemplo 11

Se agitan durante 3 horas a 100º C de

7 AGO. 1973

temperatura interna 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) de un epóxido según el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de n-butilglicol. Luego se agregan 17,7 g de hexandiol-1,6 (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa agitando a 100ºC de temperatura interna por 3 horas todavía. Después de añadir 4,6 g de epiclorohidrina (0,05 moles), se agita por 3 horas todavía a 100º C de temperatura interna, se diluye a continuación con 151,8 g de n-butilglicol y se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, flúido y con un índice de acidez de 43,6.

Ejemplo 12

Se agitan durante 3 horas a 100º C de temperatura interna 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y 9,8 g de anhídrido maleico (0,2 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. A continuación se agregan 9,25 g de epiclorohidrina (0,1 mol) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. Después de añadir 148,5 g de n-butilglicol, se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 60,3.

Ejemplo 13

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 50 g de n-butilglicol. Se agregan luego 14,75 g de hexandiol-1,6 (0,25 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. Después de enfriar hasta 60º C de temperatura interna, se agregan 6,5 g de glicerinodiclorohidrina (0,05 moles) y se continúa agitando por 3 horas, a 60º C de temperatura interna. Se añaden luego 150,7 g de n-butilglicol y se continúa la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 61,5.

Ejemplo 14

Se agitan durante 3 horas a 100º C de temperatura interna 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 50 g n-butilglicol. Se añaden luego 44,5 g de polipropilenglicol (0,1 mol) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. Después de añadir 9,25 de epiclorohidrina (0,1 mol), se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas más

7 AGO 1973

y se agregan 183,25 g de n-butilglicol. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 31.

Ejemplo 15

Se agitan durante 3 horas a 100º C de temperatura interna 98 g (0,1 equivalente de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 18,6 de laurilamina (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y 45 g de n-butilglicol. Se añaden luego 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. A continuación se añaden 5,3 g de acrilonitrilo (0,1 mol) y se agita por 3 horas más a 100º C de temperatura interna. Después de agregar 127 g de n-butilglicol, se continúa agitando hasta el enfriamiento, con lo cual se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 65,8.

Ejemplo 16

Se agitan a 100º C de temperatura interna durante 3 horas 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 27 g de estearilamina (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se agita a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. A continuación se agregan 10,2 g de anhídrido acético (0,1 mol) y se prosigue agitando a 100º C de temperatura interna por

7 480 973

3 horas más. Después de añadir 135 g de n-butilglicol, se continúa agitando hasta el enfriamiento, con lo que se consigue un producto límpido, de viscosidad mediana y con índice de acidez de 91,7.

Ejemplo 17

Se calientan a 100º C de temperatura interna durante 2 horas 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 54,2 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,35 equivalentes de grupos amínicos) y con 47 g de ácido acelaico (0,5 equivalentes de grupos ácidos). Luego se añade una solución al 80 %, en n-butanol, de 54,2 g de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina y se agita a 100º C de temperatura interna por una hora todavía. Después de diluir con 240 g de n-butilglicol, se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 46,4.

Ejemplo 18

Se agitan a 100º C de temperatura interna durante 2 horas 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 2 horas todavía. Después de agregar 12,4 g de etilenglicol (0,4 equivalentes de grupos hidroxílicos), se prosigue la agitación a 100º C de temperatu-

ra interna por 2 horas más. A continuación se añade una solución al 80 %, en n-butanol, de 54,2 g de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina y se agita a 100º C de temperatura interna por 2 horas todavía. Después de diluir con 182 g de n-butilglicol, se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con índice de acidez de 42,9.

Ejemplo 19

Se calientan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido que se ha descrito en el Ejemplo 1, junto con 45 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,3 equivalentes de grupos amínicos) y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 60,5 g de ácido sebácico (0,6 equivalentes de grupos ácidos) y se agita a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. Después de agregar 13,9 g de epiclorohidrina (0,15 moles), se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. Después de diluir con 225 g de n-butilglicol, se enfría el producto reaccional hasta 70º C de temperatura interna, se le añade una solución al 80 %, en butanol, de 93,5 g de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina y se agita a 70º C de temperatura interna por 30 minutos todavía.

A continuación se enfría hasta la temperatura del ambiente.

Ejemplo 20

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos)

del epóxido descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 17,7 g de hexandiol-1,6 (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. Después de añadir 4,6 g de epiclorohidrina (0,05 moles), se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. A continuación se diluye con 207,9 g de n-butilglicol, se enfría el producto hasta 70º C de temperatura interna y se añade una solución al 80 %, en n-butanol, de 93,5 g de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina. Después de agitar a 70º C de temperatura interna por 30 minutos todavía, se enfría hasta la temperatura del ambiente.

Ejemplo 21

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido que se ha descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 9,5 g de 1,2-propilenglicol (0,25 equivalentes de grupos hidroxílicos), 40,4 g de ácido sebácico (0,4 equivalentes de grupos ácidos) y 7,4 g de anhídrido ftálico (0,1 equivalente de grupos ácidos) y se agita a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. A continuación se diluye con 136 g de n-butilglicol y se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de

viscosidad mediana y con un índice de acidez de 57.

Ejemplo 22

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido que se ha descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 11,25 g de 1,4-butandiol (0,25 equivalentes de grupos hidroxílicos), 50,5 g de ácido sebácico (0,2 equivalentes de grupos ácidos) y 7,4 g de anhídrido ftálico (0,1 equivalente de grupos ácidos) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. Después de añadir 9,25 g de epiclorohidrina (0,1 mol), se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. A continuación se diluye con 157 g de n-butilglicol y se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 43,6.

Ejemplo 23

Se agitan a 100º C durante 3 horas 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido que se ha descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 22,5 g (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) de trietilenglicol, 50,5 g (0,5 equivalentes de grupos ácidos) de ácido sebácico y se prosigue la agitación a 100º C de

temperatura interna por 3 horas más. Después de añadir 4,6 g de epiclorohidrina (0,05 moles), se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía, se diluye con 156,6 g de n-butilglicol y se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 48.

Ejemplo 24

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido que se ha descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y de 1-amino-docosano y con 50 g de n-butilglicol. Luego se añaden 15,9 g de dietilenglicol (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa agitando a 100ºC de temperatura interna por 3 horas más. Después de añadir 4,6 g de epiclorohidrina (0,05 moles), se prosigue la agitación a 100º C de temperatura por 3 horas todavía, se añaden 150 g de n-butilglicol y se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 47,8.

Ejemplo 25

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) del epóxido que se ha descrito en el Ejemplo 1, junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de n-butilgli-

col. Luego se añaden 15,6 g de neopentilglicol (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa agitando a 100ºC de temperatura interna por 3 horas más. Después de añadir 4,6 g epiclorohidrina (0,05 moles), se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía.

A continuación se diluye con 149,7 g de n-butilglicol y se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto límpido, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 47,5.

a) 177 g del producto al 50 % que se ha descrito (0,075 equivalentes de ácido) se agitan a 60º C de temperatura interna junto con 31 g de dietilentriamina (1,5 equivalentes de grupos amínicos) y 12,5 g de butilglicol, durante una hora.

Después de añadir 20 g de amoníaco al 24 % y 194 g de butilglicol, se obtiene una solución límpida, flúida y con un pH de 10,3.

b) 177 g del producto al 50 % que se ha descrito (0,075 equivalentes de ácido) se agitan a 60º C de temperatura interna junto con 40,6 g de tetraetilenpentamina (1,5 equivalentes de grupos amínicos) y 3 g de butilglicol, durante 1 hora.

Después de añadir 50 g de amoníaco al 24 % y 163 g de butilglicol, se obtiene una solución flúida, con pH de 10,4.

c) 236 g del producto al 50 % que se ha descrito (0,1 equivalente de ácido) se agitan a la temperatura del ambiente junto con 85 g de isoforondiamina (1-amino-3-

aminometil-3, 5, 5-trimetil-ciclohexano) (2 equivalentes de grupos amínicos), 20 g de amoníaco al 24 % y 248 g de butilglicol. Se obtiene una solución flúida, cuyo pH es 10,8.

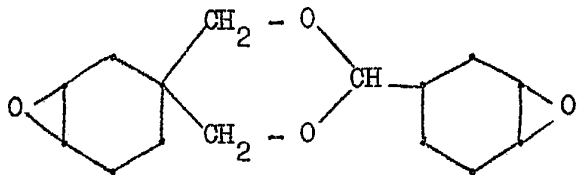
d) 220 g del producto al 50 % que se ha descrito se tratan con 21 g de amoníaco al 24 % y, después de buen removimiento, se diluye la mezcla con 279 de butilglicol, Se obtiene una solución flúida, con pH de 8,5.

e) 177 g del producto al 50 % que se ha descrito se tratan con 44 g de trietanolamina. Se obtiene un producto de viscosidad mediana, cuyo pH es de 8,5.

f) 234 g del producto al 50 % que se ha descrito se tratan con 71 g de tri-n-propilamina, 20 g de amoníaco al 24 % y 159 g de butilglicol. Se obtiene una solución flúida, con pH de 10,0.

Ejemplo 26

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 78 g de un epóxido de la fórmula



(0,5 equivalentes de epóxido), junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y 50 g de butilglicol. Luego se añaden 17,7 g de hexandiol-1,6 (0,3 equivalentes de

grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. A continuación se agregan 4,6 g de epiclorohidrina y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. Luego se diluye con 132 g de butilglicol y se prosigue agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 42,6.

Ejemplo 27

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 392 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (2 equivalentes de epóxido), junto con 310 g (2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-aminodocosano y 200 g de dioxano. Luego se añaden 70,8 g de hexandiol-1,6 (1,2 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 202 g de ácido sebácico (2 equivalentes de grupos ácidos) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. Se añaden todavía 37 g de epiclorohidrina (0,4 moles) y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por otras 3 horas.

A continuación se diluye con 812 g de dioxano y se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución de viscosidad mediana, con índice de acidez de 81,5.

Ejemplo 28

a) Se agitan a 100º C de temperatura interna,

7 AGO 1973

durante 3 horas, 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido), junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de butilglicol. Luego se añaden 15,6 g de neopentilglicol (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. Se añaden 9,25 g de epiclorohidrina (0,1 mol) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. A continuación se diluye con 154 g de tricloroetileno y se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 36.

100 g del producto al 50 % que se ha descrito y 10 g de una solución al 50 % de un producto de adición de 70 moles de óxido de etileno a una mezcla de aminas grasas (de 17 a 22 átomos de carbono) se mezclan con agitación rápida y se diluye la mezcla despacio con 140 g de agua desionizada. Se obtiene una emulsión flúida, finamente dividida y cuyo contenido de materia activa es de 20 %. El pH es de 5,0.

b) 98 g del epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de grupos epoxídicos) se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 15 minutos, junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos = átomos de hidrógeno ligados a aminonitrógeno) y 50 g de dimetilformamida. Luego se añaden 15,6 g de neopentilglicol (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico

7 ABO. 197

(0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas mas. Se añaden luego 13,9 g de epiclorohidrina (0,15 moles) y se agita a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. Mediante dilución con 159 g de percloroetileno, se obtiene un producto al 50 %, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 28,4.

100 g del producto al 50 % se tratan con 12 g de una solución acuosa al 50 % de hidroabietilamina y 80 moles de óxido de etileno, y se mezcla bien, Luego se añade despacio una solución de 2 g de fosfato de diamonio en 52,5 g de agua (desionizada) y se emulsiona en unos 5 minutos. Se obtiene una emulsión finamente dispersa, flúida y con un contenido de resina del 30 %. (Indice de pH : 6,8).

Ejemplo 29

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido), junto con 31 g (0,2 equivalentes de grupos amínicos) de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano y con 50 g de butilglicol. Luego se añaden 17,7 g de hexandiol-1,6 (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. Se añaden 5,8 g de acrilato de hidroxietilo (0,05 moles) y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía.

Después de diluir con 147,6 g de butilglicol, se continúa agitando hasta el enfriamiento. Se obtiene

una solución límpida, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 66.

Ejemplo 30

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido), junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 55,5 g de butilglicol. Se añaden luego 17,7 g de hexandiol-1,6 (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas más.

A continuación se añaden 3,6 g de ácido acrílico (0,05 moles) y se sigue agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. Después de diluir con 145,4 g de butilglicol, se continúa la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 71,5.

Ejemplo 31

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido), junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 55,5 g de butilglicol. Luego se añaden 17,7 g de hexandiol-1,6 (0,3 equivalentes de grupos hidroxílicos) y 50,5 g de ácido sebácico (0,5 equivalentes de grupos ácidos) y se continúa la agitación a 100º C de

7 AGO 1973

temperatura interna por 3 horas más. Se añaden todavía 3,2 g de metacrilato de glicidilo (0,025 moles) y se continua agitando a 100º C de temperatura interna por otras 3 horas. Después de diluir con 145,4 g de butilglicol, se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene una solución límpida, de viscosidad mediana y con un índice de acidez de 56,9.

Ejemplo 32

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 3 horas, 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido), junto con 31 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,2 equivalentes de grupos amínicos) y con 55,5 g de butilglicol. Se añaden luego 17,7 g de hexandiol-1,6 y 50,5 g de ácido sebácico y se prosigue la agitación a 100º C de temperatura interna por 3 horas más. A continuación se añaden 5,1 g de metilolacrilamida (0,05 moles) y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por 3 horas todavía. Después de añadir 146,9 g de butilglicol, se prosigue la agitación hasta el enfriamiento.

Se obtiene una solución límpida, flúida y con un índice de acidez de 59.

Ejemplo 33

Se agitan a 100º C de temperatura interna durante 2 horas 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido) con 54,2 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,35 equivalentes de grupos amínicos) y con 60,6 g de ácido sebácico (0,6

equivalentes de grupos ácidos).

Se añaden luego 66,3 g de éter hexametílico de hexametilolmelamina y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por una hora todavía. A continuación se diluye con 279 g de butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto de viscosidad mediana, cuyo índice de acidez es de 61.

Ejemplo 34

Se agitan a 100º C de temperatura interna, durante 2 horas, 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido), junto con 54,2 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,35 equivalentes de grupos amínicos) y con 60,6 g de ácido sebácico (0,6 equivalentes de grupos ácidos). Se añaden luego 57,5 g de éter pentametílico de hexametilolmelamina y se continúa agitando a 100º C de temperatura interna por una hora todavía. A continuación se diluye con 264 g de butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto de viscosidad mediana, con un índice de acidez de 64,5.

Ejemplo 35

Se agitan a 100º C durante 2 horas 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido), junto con 54,2 g de una mezcla de 1-amino-eicosano y 1-amino-docosano (0,35 equivalentes de grupos amínicos) y con 60,6 g de ácido sebácico (0,6 equivalentes de grupos ácidos) y 50 g de butilglicol. Se añaden luego 62,3 g del éter metílico de la dihidroxidimetiloletilenurea y se continúa

agitando a 100º C de temperatura interna por una hora todavía. A continuación se diluye con 225 g de butilglicol y se prosigue la agitación hasta el enfriamiento. Se obtiene un producto de viscosidad mediana, cuyo índice de acidez es de 69,6.

Ejemplo 36

Preparación del componente 3)

Se hacen reaccionar con óxido de etileno las aminas grasas o respectivamente las mezclas de aminas grasas según métodos conocidos. Los aductos resultantes se calientan hasta temperatura de 60 a 65º C y luego se introduce, durante 15 minutos, la urea y, durante 30 minutos, el ácido amidosulfónico. A continuación se aumenta la temperatura por calentamiento lento (30 minutos) hasta 95-100º C y se mantiene la mezcla reaccional durante 6 horas a una temperatura de baño de 100 a 105º C. Se añade luego agua suficiente para que se origine una solución al 50 % del aducto esterificado de amina y óxido de etileno.

La tabla que sigue contiene los componentes de reacción que se hacen reaccionar según la formulación aquí expuesta.

7

	Composición de la alquilamina	Oxido de alquileno, en moles	Aducto de óxido de alquileno, partes (1 mol)	Urea, partes	Ácido amidosulfónico, partes	Agua, partes
1	30 % de hexadecilamina 25 % de octadecilamina 45 % de octadecenilamina	7	580	107	214	650
2	"	7	580	200	320	450
3	"	7	580	214	214	540
4	"	10,5	773	107	214	840
5	"	16	1010	200	320	880
6	"	16	1010	214	214	970
7	10 % de estearilamina 55 % de araquidilamina 25 % de behenilamina	30	1620	200	320	1450

EJEMPLOS DE EMPLEO

I

En un aparato de circulación se tiñen al principio como de ordinario, preferentemente con colorantes

reactivos por mor de las propiedades de solidez, 100 kg de un hilo constituído por 90 % de lana y 10 % de poliamida (epsilon-caprolactama).

Después de la tinción, se aclara y se prepara un baño fresco de tratamiento. La temperatura del agua es de 20º C. A este baño se añaden ahora :

3000 g de $KHSO_5$,

1000 g de una solución acuosa al 50 % del producto de reacción 6 según el Ejemplo 36,

2000 g de ácido acético al 80 % y

1200 g de la preparación acuosa según el Ejemplo 2.

En el baño de tratamiento se forma una emulsión. Mediante bombeo se hace pasar el líquido por el material en dirección alternativa y se le deja circular por 40 minutos. En este tiempo, la emulsión prende completamente a la fibra y el baño de tratamiento se vuelve claro como agua. Se añaden entonces todavía al baño:

3000 g de bisulfito sódico y

3000 g de una solución de

74,2 g de polietileno (contiene grupos carboxílicos anoxidados),

22,8 g de parafina (de punto de fusión 60 a 62º C),

17,1 g de un producto de condensación a baso de ácidos grasos insaturados, dimerizados, y deietilentriamina y

152 g de butilglicol.

Se prosigue el tratamiento a la misma temperatura por 30 minutos todavía. Luego se aclara y se seca a 80º C.

De este hilo se prepara una pieza de género de

7 AGO. 1973

punto que se ensaya según la norma 72 de la IWS. Resultan los índices siguientes:

Material	Relajación	Encogimiento afieltrante
sin tratamiento	7 %	52 %
con tratamiento	0,1 %	2,4 %

En cugar de la mezcla de lana y poliamida que se ha indicado antes, pueden emplearse otra proporciones de mezcla, o bien mezclarse a la lana también otras finras (por ejemplo, poliéster, poliacrilonitrilo o fibras celulósicas), o aún puede aprestarse lana pura.

II.

En un aparato tintóreo vertical Muff se humectan a 30º C 100 kg de hilo de lana que ya han sido teñidos en el peinado. Al cabo de unos 10 minutos se añaden al baño de tratamiento:

5000 g de $KHSO_5$,

500 g de una solución acuosa al 50 % del producto de reacción 6 según el Ejemplo 36,

2000 g de ácido acético al 80 % y

1400 g de la preparación acuosa según el Ejemplo 5.

Se forma en el baño una emulsión lechosa, la cual prende por completo a la lana en el curso de 30 minutos. A continuación se calienta el baño de tratamiento hasta 60º C y se le añaden:

4000 g de bisulfito sódico y

7 AGO

2000 g de una solución de polietileno y parafina como en el Ejemplo I.

Después de 20 minutos de tratamiento, se suelta el baño, se centrifuga el hilo y se le seca a 60-80º C. Una pieza de género de punto hecha a partir de este hilo se ajusta a la norma 72 de la IWS (4 % de encogimiento afieltrante).

III

a) Se tiñen al principio de la manera ordinaria (por ejemplo, con un colorante reactivo) 100 kg de hilo de lana. A continuación se aclara y se prepara un baño fresco de tratamiento de 2000 litros de agua, a temperatura de 30º C. En este baño de tratamiento se introducen :

4000 g de la sal potásica ácida del ácido monopersulfúrico y se deja circular el líquido por unos minutos. A continuación se añaden :

500 g de una solución acuosa al 50 % del producto de reacción 6 según el Ejemplo 36 y

5000 g de ácido acético (al 80 %).

Después de breve tiempo de permanencia, se añaden todavía:

8000 g de la preparación acuosa según el Ejemplo 28 a).

Se forma en el líquido de tratamiento una emulsión, la cual prende por completo a la lana en el curso de 40 minutos. Se calienta entonces el baño en 10 minutos hasta 60º C y se le añaden 2000 g de bisulfito sódico y 200 g de una emulsión acuosa de polietileno (este polietileno contiene grupos carboxílicos anoxidados).

17 AGO 1973

Después de 15 minutos más a 60º C, se suelta el baño de tratamiento, se centrifuga la lana y se la seca a 80º C.

De la lana aprestada se forma una pieza de género de punto que se somete a examen del efecto antiafieltrante. Según la norma 72 de la IWS, resulta un encogimiento afieltrante de 3 a 5 %.

Resultados igualmente buenos se logran también con los productos de reacción 1 a 5 y 7 según el Ejemplo 36 (componente 3), lo mismo que con los productos de reacción de los Ejemplos 1 a 27 y 29 a 35 (componente 2).

b) En lugar del tratamiento final que se ha descrito con la emulsión de polietileno, pueden también añadirse al baño de tratamiento o bien aplicarse en un tratamiento ulterior 2000 g de una emulsión acuosa al 20 % de la composición que sigue. El hilo muestra un efecto antiafieltrante muy bueno.

Preparación de la emulsión:

En un matraz agitador caldeable se calientan a temperatura interna de 95º C de 315,76 g de agua desionizada, 12,3 g de ácido acético glacial, 6,1 g de un producto de condensación a base de 1 mol de alcohol octadecílico y 35 moles de óxido de etileno y 0,1 g de agente antiespumante. Luego, con agitación rápida, se agrega una solución de:

74,2 g de polietileno (contiene grupos carboxílicos anoxidados),

22,8 g de parafina (punto de fusión: 60 a 62º C),

17,1 g de un producto de condensación a base de ácidos grasos insaturados, dimerizados, y dietilentriamina y

7 AGO 1967

152 g de butilglicol.

La temperatura de la solución es de unos 110º C.

A continuación se enfría despacio la emulsión originada.

A esta emulsión puede añadirse posteriormente, emulsionándolo, aceite de silicona, en cuyo caso puede emplearse un 5 a 15 % respecto al contenido de materia seca de la emulsión.

IV.

En un aparato para teñir hilo se prepara un baño de tratamiento con 3000 litros de agua a 30º C, a la que se añaden los suplementos siguientes:

4000 g de $KHSO_5$,

1000 g de una solución acuosa al 50 % del producto de reacción 6 según el Ejemplo 36,

2000 g de ácido acético al 80 % y

7000 g de la preparación acuosa según el Ejemplo 28.

En este baño se introducen 100 kg de hilo de lana teñido y se deja circular el baño de tratamiento en dirección alternativa. La emulsión contenida en el baño prende por completo y con uniformidad al hilo de lana en 30 a 40 minutos. Luego se calienta hasta 60º C y se añaden:

2000 g de bisulfito sódico y

2000 g de la emulsión según III b).

Después de 15 minutos más a 60º C, se centrifuga el hilo y se le seca a fondo a 80º C. Antes de la centrifugación, puede también aclararse el hilo con agua fría. Del hilo seco se hace una pieza de género de

punto que se somete a ensayo en el Cubex según la norma 72 de la IWS. Esto hilo presenta un encogimiento afieltrante de 3 % aproximadamente. El hilo no tratado tiene un encogimiento afieltrante del 60 % aproximadamente.

V.

En un aparato para teñir enjulios se remojan primeramente 100 kg de Double knit de lana pura en 1000 litros de agua a 40º C. Luego se efectúa la adición de:

2000 g $KHSO_5$,

3000 g de ácido acético al 80 %,

600 g de una solución acuosa al 50 % del producto de reacción 6 según el Ejemplo 36 y

6000 g de la preparación acuosa según el Ejemplo 16.

La emulsión que se forma en el baño prende por completo a la lana en 30 minutos. Se procede luego a la adición de :

3000 g de bisulfito sódico y

2000 g de una solución de polietileno y parafina como en el Ejemplo 1.

Se calienta el baño despacio hasta 60º C y se efectúa el tratamiento a esta temperatura durante 15 minutos.

A continuación se aclara y se seca la pieza de género de punto en el bastidor (2 minutos a 120º C).

El Double knit así aprestado se ajusta a la norma 72 de la IWS (3 % de encogimiento afieltrante).

VI.

Se tiñen primeramente como de ordinario

417629
17 AGO.

100 kg de hilo para calceta a mano Nm 28/2/4, en forma de bobinas cruzadas, y luego se les aplica aprresto antiafieltrante en un baño fresco de tratamiento, a 40ºC.

Luego se añaden al baño de tratamiento:

4000 g de HSO_5,

1000 g de una solución acuosa al 50 % del producto de reacción 6 según el Ejemplo 36,

4000 g de ácido acético al 80% y

6000 g de la preparación acuosa según el Ejemplo 18.

Se trata durante 40 minutos y luego se añaden al baño:

3000 g de bisulfito sódico y

3000 g de una solución de polietileno y parafina como en el Ejemplo I.

Se trata por 10 minutos todavía, se suelta el baño y se seca durante 2 horas a 60ºC. El hilo así tratado se ajusta a la norma 72 de la IWS. Se logran también los mismos resultados si se utiliza la preparación acuosa según el Ejemplo 20.

- .. -

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. 11704/72 del 8 de Agosto de 1972 y nº 9365/73 del 27 de Junio de 1973.

1. Procedimiento para hacer inafieltrable la lana, caracterizado por someterse la lana, a un trata-

417.629

17 AGO.

miento bajo temperatura de 20 a 100ºC, y durante un tiempo preferentemente comprendido entre 5 y 60 minutos, con una proporción preferentemente comprendida entre 1:10 y 1:70 de lana con respecto a un baño que contiene, respecto al peso de lana a tratar, 1 a 5% de sales ácidas de sodio, potasio, amonio o amina del ácido monopersulfúrico; 0,5 a 5% y preferentemente 1,2 al 4% de productos de reacción a base de epóxidos, aminas grasas y ácidos dicarboxílicos, en los que las proporciones de equivalencia de los grupos epoxídicos a los átomos de hidrógeno ligados a aminonitrógeno y a los grupos de ácido carboxílico es de 1 : (0,1-1):(1-0,55); y 0,01 a 2% de aductos, esterificados con oxácidos a lo menos dibásicos, de aminas grasas con 12 a 22 átomos de carbono y 6 a 30 molos de óxido de etileno; eventualmente, en presencia de un agente suavizador del tacto; sometiéndose la lana, posteriormente a este tratamiento, en el mismo baño a un tratamiento ulterior de reducción.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en el baño acuoso se contienen los productos de reacción a base de epóxidos, aminas grasas y ácidos dicarboxílicos en forma de una solución acuosa o emulsión con un valor de pH de 5 a 12, preferentemente 7,5 a 12 y especialmente 8 a 10 de los productos que resultan de la reacción, en presencia de un disolvente orgánico, entre a los menos:

un epóxido que contenga por molécula a lo menos dos grupos epoxídicos, preferentemente derivado de un bis-fenol;

417629
7 AGO. 19

una amina grasa con 12 a 14 átomos de carbono; y un ácido dicarboxílico alifático, saturado con 7 átomos de carbono a lo menos, preferentemente 7 a 14 átomos de carbono; y eventualmente un anhídrido de un ácido dicarboxílico aromático con 8 átomos de carbono a lo menos o de un ácido monocarboxílico alifático con 2 átomos de carbono a lo menos o de un ácido dicarboxílico con 4 átomos de carbono a lo menos; y eventualmente también uno o más de los componentes siguientes: un precondensado aminoplástico provisto de grupos de éter alquílico; un diol alifático con 2 a 22, preferentemente 2 a 6 átomos de carbono; eventualmente interrumpid s por átomos de oxígeno, un compuesto orgánico polifuncional (de preferencia, difuncional) que presente como grupos o átomos funcionales halógeno móvil, grupos de vinilo o de éster o un grupo a lo sumo de ácido, de nitrilo, de hidroxilo o de epóxido junto, a lo menos, con otro grupo funcional o un átomo del tipo que se ha indicado, preferentemente una epihalogenhidrina y en que eventualmente luego se trata, a temperatura elevada, con amoníaco o una base orgánica soluble en agua.

3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente epoxídico es un éter poliglicidílico del 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano, que presenta un contenido de epóxido de 5 equivalentes de gru-

417629

17 AGO. 1971

pos epoxídicos por kg, a lo menos, y, más especialmente, es un producto de reacción de epiclorohidrina con 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano.

4. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente ácido dicarboxílico alifático responde a la fórmula

$$HOOC - (CH_2)_y - COOH$$

donde

y es un número entero por valor de 5 a 12, preferentemente 6 a 10.

5. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente eventualmente anhidrido es un anhídrido de un ácido dicarboxílico aromático, monocíclico o bicíclico, con 8 a 12 átomos de carbono, de un ácido dicarboxílico alifático con 4 a 10 átomos de carbono o de un ácido monocarboxílico con 2 átomos de carbono a lo menos.

6. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado en que el componente eventual precondensado aminoplástico, preferentemente es un éter alquílico de una metilolaminotriacina, más especialmente es un éter alquílico de una melamina muy metilolada cuyos radicales alquílicos contienen de 1 a 4 átomos de carbono, y particularmente es un éter n-butílico de una melamina muy metilolada que contiene en la molécula de 2 a 3 radicales de n-butilo.

417 629

AGO. 1973

7. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado en que el componente de tratamiento final de los productos de reacción a base de epóxido es una monoamina alifática terciaria, amoníaco o una amina que contiene átomos de nitrógeno exclusivamente básicos y a lo menos dos grupos amínicos, cada uno de los cuales presenta a lo menos un átomo de hidrógeno ligado a nitrógeno, preferentemente una poliamina alifática de la fórmula

$$H_2N - (CH_2-CH_2NH)_2 - CH_2 - CH_2 - NH_2$$

donde

n es igual a 1, 2 ó 3.

8. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el citado aducto de aminas grasas presente en el baño de tratamiento es preferentemente un aducto, esterificado con ácido sulfúrico, a base de aminas grasas de 12 a 22, especialmente 16 a 18 átomos de carbono y 6 a 30, especialmente 7 a 16 moles de óxido de etileno; y muy particularmente, es una sal de metal alcalino o amónica de los aductos esterificados.

9. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en un tratamiento ulterior se aplica simultaneamente en calidad de agentes con el agente inafieltrante, como agentes suavizadores del tacto, emulsiones de aceite, de grasa y de cera, productos de condensación de ácidos grasos o emulsiones de polietileno, de polietilenglicol, de siloxano y de aceite de silicona o las respectivas mezclas.

417629

17 AGO. 1973

10. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque en calidad de agentes suavizadores del tacto, se aplican mezclas de polietileno con grupos carboxílicos anoxidados y productos de condensación a base de ácidosgrasos dimerizados que se derivan de ácidos grasos insaturados, de 16 a 22 átomos de carbono, y polialquilenpoliamina y eventualmente parafina y/o aceite de silicona; más particularmente productos de condensación a base de ácido linólico y ácido linolénico, y dietilentriamina o trietilentetramina.

11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 9 y 10, caracterizado porque, del mismo modo selectivo, en calidad de agente suavizador del tacto, se aplica una mezcla de 50 a 80 partes en peso de un polietileno que contiene grupos carboxílicos anoxidados y 20 a 50 partes en peso de un producto de condensación a base de ácidos grasos dimerizados y dietilentriamina; y también una mezcla de 50 a 80 partes en peso de un polietileno que contiene grupos carboxílicos anoxidados, 10 a 30 partes en peso de parafina y 10 a 20 partes en peso de un producto de condensación a base de ácidos grasos dimerizados y dietilentriamina.

12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque preferentemente se emplea en calidad de agente de reducción, y en dicha etapa, sulfuros, hidrosulfuros, hidroxilaminas, tiosulfatos, sulfitos e hidrosulfitos de metales alcalinos, alcalinotérreos y amónicos.

417629

17 AGO

13. Procedimiento para hacer inafiltrable la lana.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 57 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 7 de Agosto 1973.

p.a.

p. p. JAIME ISERN

Firmado: JOSE F. NIETO