

425204  
AI 425204 761104 DOGM 15/58  
Fall 173/142

Int. Cl. C07C/DOGM
--------------------

S. CIA

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS  
DE CONDENSACION

*Solicitante:* CHEMISCHE FABRIK PFERSEE GMBH., entidad alemana,  
residente en Färberstr. 4, 89 Augsburg, República  
Federal Alemana.

Por la patente alemana 697 803 ya se conoce la  
obtención de productos de condensación de ácidos grasos su-  
periores y aminas polivalentes e introducir en estos, según  
el certificado de adición 700 767, un grupo carbonamida. Es-  
tos productos son adecuados, después de una ulterior reac-

ción con formaldehído, entre otros, como medio auxiliar textil.

Los mencionados productos muestran, sin embargo, una serie de desventajas. Así producen, al ser empleados sobre textiles, frecuentemente en la lencería blanca un empeoramiento del grado de blancura, o bien en la mercancía teñida, un desplazamiento de la tonalidad de color. En las mercancías textiles, así tratadas, se presentan fácilmente olores desagradables tenazmente adheridos. Si se quieren evitar estos se han de emplear para el endurecimiento sobre el tejido cantidades relativamente altas de catalizadores, con lo cual se influyen desfavorablemente las propiedades de resistencia del tejido. Además, la estabilidad al cloro y el desarrollo del tacto resultan insatisfactorios. Asimismo, al emplear los conjuntamente con productos previos de resina sintética, que contienen grupos N-metilólicos, conocidos para el apresto antiarrugable, se influyen desfavorablemente las propiedades antiarrugables.

Sorprendentemente se ha descubierto que se pueden evitar estas desventajas con determinados productos de condensación. El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la obtención de determinados productos de condensación y su empleo para el tratamiento de materiales fibrosos.

El procedimiento según la presente invención para la obtención de productos de condensación de ácidos grasos superiores y polialquilenpoliaminas y la ulterior reacción con úrea y en caso dado ulterior reacción con formaldehído se caracteriza porque se hacen reaccionar ácidos grasos saturados y/o insaturados, alifáticos, de cadena recta y/o ramifi-

5 cada, monobásicos, como mínimo con 8 átomos de carbono y/o  
ácidos de cera de montana, bajo la condición de que como mí-  
nimo 40 mol-% se compongan de ácidos grasos saturados o sim-  
plemente insaturados, de cadena recta, como mínimo con 12 áto-  
10 mos de carbono, especialmente como mínimo con 14 átomos de  
carbono y/o ácidos de cera de montana, y dietilentriamina ó  
dipropilentriamina o de sus mezclas, en una proporción molar  
entre ácidos grasos y las mencionadas dialquilentriaminas de  
aproximadamente 2:1, a continuación se calienta el producto  
15 de condensación de ácido graso-amina, que esencialmente se  
compone de la amida del ácido bis-graso de la dialquilentria-  
mina y a continuación se denomina brevemente "amida de ácido  
bis-graso", con úrea en una proporción molar de 1:0,5 a 1:1  
bajo disociación de 0,5 - 1 mol de  $NH_3$  por mol de amida de  
20 ácido bis-graso empleado y, finalmente, preferentemente el  
producto de condensación de úrea obtenido se trata con 1 - 5  
molés de formaldehído por mol de úrea.

Los productos de condensación de ácido graso, pre-  
ferentemente metilolados, así obtenidos, se pueden emplear  
25 en forma de soluciones en disolventes orgánicos ó, especial-  
mente, en forma de emulsiones acuosas, para el tratamiento de  
material fibroso, especialmente de textiles. Le dan a éste  
un tacto blando, superficialmente liso, sin mostrar las des-  
ventajas arriba mencionadas.

25 Resultados especialmente ventajosos se obtienen  
si los productos de condensación se emplean para el tratamien-  
to de textiles de poliamidas, poliésteres y nitrilos poliacrí-  
licos en el procedimiento de extracción o de Foulard. Sobre  
estos materiales no solo se logra un tacto suave, sino que al  
30 mismo tiempo se obtienen propiedades antiestáticas.

Para la obtención de los productos de condensación entran en consideración los ácidos grasos saturados, insaturados, alifáticos, de cadena recta o ramificada, monobásicos, como mínimo con 8 átomos de carbono que, naturalmente, también en mezcla entre si se pueden emplear para la obtención de los productos de condensación. Aquí se ha de observar, sin embargo, que los ácidos grasos con menos de 12 átomos de carbono no se pueden emplear por si solos y que las mezclas han de contener como mínimo 40 moles-% de ácidos grasos con 12 átomos de carbono como mínimo, especialmente con 14 átomos de carbono como mínimo. Como ejemplos sean mencionados: ácido caprílico, caprínico, laurínico, palmítico, esteárico, araquínico y behénico, así como los ácidos de cera de montaña. Como representante del ácido insaturado sea mencionado el ácido oléico. Como ácidos de cadena ramificada entran en consideración, por ejemplo, las mezclas de ácido graso de ácidos grasos sintéticos con una longitud de cadena de unos 9 a 11 átomos de carbono, conteniendo estas mezclas aproximadamente un 10 % de ácidos secundarios y un 90 % de ácidos terciarios (Publicación "Seifen-Oele-Fette-Wachse" 88, pag.438 (1962))

Como ya se ha mencionado, los ácidos grasos empleados para la obtención de los productos de condensación han de contener como mínimo 40 moles-% de ácidos grasos saturados y/o simplemente insaturados, de cadena recta con 12 átomos de carbono como mínimo, especialmente con 14 átomos de carbono como mínimo y/o ácidos de cera de montaña, pues mediante esta medida se logra que los productos de condensación obtenidos de ellos, aplicados sobre material fibroso, den el tacto suave, superficialmente liso deseado y además esté garantizada una estabilidad a la sublimación suficientemente

alta. Mediante la selección de los ácidos grasos, pero siempre bajo las condiciones indicadas, se puede variar además el tacto deseado. Así, por ejemplo, al emplear ácidos grasos saturados, tal como ácido esteárico, se logra un tacto especialmente blando, superficialmente liso, mientras con el empleo de ácidos grasos de cadena más corta, tal como ácido laurínico, y/o de ácidos grasos insaturados, tal como ácido oléico, se obtiene un tacto más voluminoso, menos liso superficialmente.

Para la obtención de los productos de condensación de la presente invención entran en consideración, como aminas, solo la dietilentriamina y la dipropilentriamina ó sus mezclas. Estas aminas contienen 2 grupos amino primarios y 1 secundario. Otras polialquilenpoliaminas, tal como por ejemplo la trietilentetramina, que contiene 2 grupos amino secundarios, no son adecuadas para el procedimiento de la presente invención, ya que los productos de condensación obtenidos empleando tales polialquilenpoliaminas pueden producir las desventajas antes descritas pertenecientes al actual estado de la técnica. Estas se presentan especialmente también cuando en la reacción del ácido graso con la amina se emplea la proporción molar conocida por el actual estado de la técnica.

Los mencionados ácidos grasos y la dietilentriamina y/o dipropilentriamina se hacen reaccionar en una proporción molar de 2 : 1 aproximadamente entre si, en forma en si conocida, por calentamiento y agitación, a las correspondientes amidas de ácido bis-graso, pudiéndose observar el progreso de la reacción a base del agua separada por destilación.

En lugar de los mismos ácidos grasos se pueden emplear natu-

ralmente también sus ésteres con alcoholes inferiores, separándose por destilación durante la condensación con las poliaminas los alcoholes correspondientes.

5 En la fusión enfriada convenientemente a menos de  $130^{\circ}$  se introducen entonces lentamente, bajo agitación, por mol de amida de ácido bis-graso 0,5 a 1, especialmente 0,5 a 0,75 moles de úrea, con lo que, al volver a calentar a unos  $130$  a  $140^{\circ}\text{C}$ , se disocia amoniaco. Tan pronto como se haga mas lenta la disociación de amoniaco, lo que por regla general es el caso después de unas 2 a 3 horas, se aumenta la temperatura a unos  $180^{\circ}\text{C}$  para completar la disociación de amoniaco. También es conveniente trabajar hacia el final de la disociación de amoniaco bajo presión más reducida o mediante introducción, a través de la fusión del producto de condensación, de un gas inerte eliminar ampliamente del amoniaco allí disuelto.

15 Tanto con una proporción molar entre amida de ácido bis-graso y urea de 1:0,5 como también con una proporción molar de 1:1 se disocia como máximo 1 mol de  $\text{NH}_3$ . Sin embargo no es necesario que se disocie la cantidad teórica de amoniaco. Asi, ya se obtienen productos utilizables si aproximadamente un 50 %, especialmente un 70 % de la cantidad de  $\text{NH}_3$  teoricamente esperada ha sido retirada.

20 Productos especialmente útiles se obtienen si los condensados de diamida de ácido bis-graso-úrea se tratan en la forma usual, además, con 1 - 5 moles de formaldehído por cada mol de úrea.

25 Los productos obtenidos según la presente invención se diferencian en múltiples aspectos de los productos mencionados al principio pertenecientes al actual estado de

30

la técnica. Una característica esencial de los productos obtenidos según el procedimiento de la presente invención es que los ácidos grasos y la dialquilentriamina, en la primera etapa de reacción, se hacen reaccionar en una proporción molar de 2:1, mientras que según el actual estado de la técnica en esta etapa siempre se ha empleado una proporción de aproximadamente 1:1. Igual de importante es que, según el procedimiento de la presente invención, como polialquilenpoliaminas solamente entran en consideración la dietilen- y dipropilentríamina, que contienen 2 grupos primarios y solo 1 grupo secundario de amino, mientras según el actual estado de la técnica se emplean, en general, polialquilenpoliaminas, esto es también aminas con 2 y más grupos amino secundarios, ante todo, sin embargo, la trietilentetramina.

Como se desprende de estas exposiciones, los condensados de amida de ácido graso obtenidos según el actual estado de la técnica contienen aún como mínimo 2 átomos de hidrógeno básicos libres enlazados a átomos de nitrógeno, de los cuales uno es sustituido a continuación por un grupo carbonamida. Contrario a estos, las amidas de ácido bis-graso, obtenidas según la presente invención, contienen en la primera etapa de reacción solamente aún 1 átomo de hidrógeno secundario enlazado a nitrógeno. Después de la condensación de estas amidas con úrea no queda por lo tanto ya ningún átomo de hidrógeno básico enlazado al nitrógeno. Como ya se ha mencionado, según el procedimiento de la presente invención tienen preferencia los condensados con úrea que se obtienen por condensación de 1 mol de amida de ácido bis-graso con 0,5 a 0,75 especialmente con 0,5 moles de úrea, de manera que en este último de los casos, bajo la suposición de una reacción total,



embargo no tiene consecuencias desventajosos sobre los productos finales.

5 Los compuestos N-metilólicos tienen en comparación con los compuestos no metilolados, además, la ventaja de que los textiles tratados con ellos muestran una lisura superficial especial y las emulsiones fabricadas de estos productos de condensación metilolados bajo adición de emulsionantes, en una concentración usual en el mercado de aproximadamente un 25 %, tienen a temperatura ambiente una consistencia líquida, mientras las emulsiones correspondientes de los productos de condensación no metilolados tienen una mayor viscosidad, pudiendo ser hasta pastosos.

10 Como ya se ha mencionado, estos productos de condensación se pueden emplear en forma de soluciones en disolventes orgánicos, tales como, por ejemplo, tetracloroetileno, tricloroetileno o hidrocarburos de bencina para el tratamiento de materiales fibrosos. Preferente es sin embargo su empleo en forma de emulsiones acuosas. Aquí se transforman los productos de condensación con ayuda de emulsionantes no ionógenos ó cationactivos, usuales en el mercado, o bien sus mezclas, en forma usual en emulsiones. Como emulsionantes entran en consideración los conocidos productos de etoxilación de fenoles alquílicos, ácidos grasos, amidas de ácidos grasos y especialmente alcoholes grasos. Como ejemplos sean mencionados: octilfenolpoliglicoléter con 5 - 20 grupos etoxi enlazados, poliglicoléter de ácido graso con 10 - 100 grupos etoxi enlazados o, preferentemente, alcohol graso con 5 - 100 grupos etoxi enlazados. Como emulsionante catión-activo sea mencionado, como ejemplo, el cloruro octadeciloximetilpiridínico.

15

20

25

30

La cantidad de emulsionante depende de la clase del emulsionante y de las propiedades exigidas a la emulsión. Puede variar entre amplios límites y oscila, según el tipo del emulsionante y las propiedades exigidas entre un 5 y 60 %, referido al producto de condensación.

5

Es conveniente ajustar las emulsiones obtenidas, mediante adición de ácidos, a un pH de 3 a 7. Para ello son adecuados los ácidos inorgánicos, tales como el ácido clorhídrico, especialmente, sin embargo, los ácidos orgánicos mono- ó dibásicos con 1 a 6 átomos de carbono tales como ácido acético, ácido maléico ó ácido glicólico. Mediante esta adición de ácido se mejora la estabilidad a los catalizadores o bien a las sales de metales.

10

La aplicación se puede efectuar tanto según el procedimiento de Foulard como también por el procedimiento de extracción.

15

En el procedimiento de Foulard se impregnan los materiales con una flota que contiene 5 - 50 g/l de la emulsión acuosa al 15 - 25 % aproximadamente (referido al producto de condensación), se exprime a una recepción de flota de un 60 - 80 % y después se seca.

20

Si se trabaja según el proceso de extracción, entonces se emplea de las emulsiones acuosas al 15 - 25 % con una proporción de flota de 1:5 a 1:40 un 0,5 - 4 % aproximadamente, referido al peso de la mercancía. La temperatura del baño deberá encontrarse en 30 - 40°C y la duración del tratamiento será de 15 - 40 minutos (excepción: teñido simultaneo). El pH se ajusta en el procedimiento de extracción a 4 - 7, preferentemente a 4 - 6. Finalmente se centrifuga brevemente la mercancía y se seca en la forma usual.

25

30

Con especial ventaja se trabaja según el proceso

de extracción en el baño de teñido. Aquí es posible agregar la emulsión acuosa del producto de condensación bien directamente al baño de teñido o agregar a continuación del teñido al baño de teñido y lograr así un tacto blando, superficialmente liso y las propiedades antiestáticas en un solo proceso de trabajo junto con el teñido.

Cuando el producto de condensación se emplea simultáneamente con el colorante es conveniente por ejemplo, el siguiente modo de trabajo:

Además del colorante se le agregan a la flota los aditivos usuales, tales como sal de Glauber, ácido acético y retardador, junto con la emulsión del producto de condensación y bajo las proporciones de flota arriba indicadas se logra simultáneamente el teñido y la mejora del tacto calentando la flota en el plazo de 20 - 40 minutos a más de 90°, manteniendo aún durante 1 - 2 horas esta temperatura y terminando después por enjuague, centrifugado y secado de la mercancía. Si se trabaja a continuación del teñido entonces se apresta por el procedimiento de extracción como arriba descrito.

Naturalmente, en el proceso de Foulard también es posible emplear las emulsiones de suavizante junto con otros productos para el tratamiento de material fibroso. Asimismo se pueden reunir las emulsiones de suavizante antes de su empleo con otras emulsiones usuales, tales como emulsiones a base de organopolisiloxanos, polietileno, parafina y otros polímeros presentes en forma de emulsión, por ejemplo, a base de ésteres de ácido poliacrílico. Si con las emulsiones de suavizante se han de tratar materiales textiles, entonces entra para la aplicación especialmente también una combinación con medios que aumenta la resistencia al arrugado.

En igual forma como se ha descrito mas arriba bajo el empleo de una emulsión acuosa del producto de condensación se puede trabajar también con una solución orgánica, empleándose los disolventes ya mencionados. Aquí se ha de observar, sin embargo, la concentración de la solución orgánica en el producto de condensación, pudiéndose partir también aquí de que de una solución aproximadamente al 15 - 25 % se emplean en el procedimiento de Foulard 5 - 50 g/l y en el procedimiento de extracción 0,5 - 4 %, referido al peso de la mercancia.

Bajo material fibroso se ha de entender aquí papel, cuero y, especialmente, textiles que se pueden presentar en forma de tejidos, tricotados o vellones. Pueden estar compuestos de fibras naturales o sintéticas, pudiéndose haber fabricado los textiles naturalmente también de mezclas de fibras.

Con especial preferencia se tratan materiales textiles de poliamidas, poliésteres y nitrilos poliacrílicos, pudiéndose presentar estos materiales textiles también en forma de hilos, tejidos, vellones o tricotados. Naturalmente también se pueden tratar las mezclas de los mencionados materiales sintéticos. En los materiales textiles de nitrilos de poliacrilo se logra un tacto especialmente suave y agradable.

Las ventajas de los productos de condensación obtenidos según la presente invención se encuentran en su aplicación. A los materiales textiles tratados, especialmente aquellos que contienen fibras sintéticas o que se componen de fibras sintéticas, se les imparte, además de un tacto suave y superficialmente liso, simultáneamente un apresto antiestático. El hecho de que empleando los mencionados productos de

condensación de ácido graso, preferentemente metoilados, al tratar materiales sintéticos resultasen propiedades antiestáticas simultáneamente, no era de prever sin más. Según el actual estado de la técnica las propiedades antiestáticas se logran por los restos de polialquilenglicol existentes. Tales restos, sin embargo, no están contenidos en los productos de condensación empleados según la presente invención si se prescinde de las reducidas cantidades de emulsionante en las emulsiones y, por lo tanto, según la presente invención es sorprendentemente posible impartir además de una mejora del tacto simultáneamente a los materiales propiedades antiestáticas. También es ventajoso que el apresto se pueda realizar en un proceso de trabajo junto con el teñido. Ante todo se evitan sin embargo las desventajas del actual estado de la técnica que consisten ante todo en un empeoramiento del grado de blanqueamiento en la mercancía blanca, un desplazamiento de la tonalidad de color en la mercancía teñida, la presentación de olores desagradables y la obtención de un tacto insatisfactorio.

#### Ejemplo 1

En un matraz de vidrio, de tres cuellos, dotado de agitador, termómetro y refrigerador de destilación se funden 568 g de ácido esteárico (2 moles) ( $100^{\circ}\text{C}$ ) y a través de un recipiente de alimentación se agregan 104 g de dietilentiaramina (1 mol) en el plazo de 20 minutos. La mezcla se calienta bajo agitación en el plazo de una hora a  $160^{\circ}\text{C}$ , aproximadamente en el plazo de otra hora a  $180^{\circ}\text{C}$  y la temperatura se mantiene (unos 30 minutos) hasta que por destilación se hayan separado unos 38 g de agua de condensación y el índice ácido se encuentra por debajo de 5. La amida de ácido

bis-graso presente, que en agua (fría o caliente) ni es soluble ni dispersable (sin adición de emulsionante) se enfría a 100°C y en el plazo de 15 minutos se introducen y agitan en 3 porciones 30 g de úrea (1/2 mol). La temperatura se aumenta a continuación lentamente a 130 - 140°C con lo que comienza la disociación de amoniaco. La temperatura de 140°C se mantiene durante unas 2 1/2 horas. Para retirar de la masa de reacción el restante amoniaco, que se disocia, se calienta en el plazo de 80 minutos a 180°C y se succiona con un ligero vacío. (Una pequeña muestra se enfría a temperatura ambiente. El producto muestra una constitución sólida, frágil y en agua no se puede ni disolver ni dispersar. Punto de fusión 68 - 70°C). En la fusión enfriada aproximadamente a unos 100°C se introducen y agitan a continuación en porciones 60 g de paraformaldehído (2 moles) y la temperatura se vuelve a aumentar lentamente a 140°C y se mantiene durante 5 a 10 minutos. Después de esta reacción, donde no se produce ninguna policondensación sino solamente una adición de formaldehído, se obtiene una fusión clara que, al enfriar, solidifica a un cuerpo sólido, frágil, que tiene un punto de fusión de unos 67°C (Producto A).

Para la obtención de unos 3 kg de emulsión líquida y estable, excelentemente adecuada como suavizador para textiles se funden en 620 g del producto de condensación arriba descrito 180 g de alquilpoliglicoléter (Producto de adición de 40 moles de óxido etilénico con 1 mol de alcohol graso con 16 a 18 átomos de carbono). En esta fusión caliente de 100 - 105°C se introducen en forma de un chorro fino 800 g de agua caliente (unos 70°C) bajo agitación. La temperatura no debe bajar aquí a menos de 75°C. Después de la adición del

agua se calienta a 90 - 95°C y a esta temperatura se agita para su homogenización durante 40 a 60 minutos. A continuación se enfría a 60°C y se introducen bajo agitación otros 1400 g de agua fría.

5 La emulsión muestra un pH de 7 - 8 y se sigue enfriando a unos 30°C. Finalmente se ajusta, mediante introducción bajo agitación de 40 g de ácido glicólico (al 57 %) a un pH de unos 4,5 (Emulsión A, según la presente invención).

10 Como comparación se preparó según la patente alemana DBP 697 803 y certificado de adición 700 767 un producto B:

15 En el aparato arriba descrito se funden 284 g de ácido esteárico (1 mol) y a esto se vierten lentamente 114 g de dietilentriamina (unos 1,1 moles). La mezcla se calienta entonces, bajo agitación, primeramente a 160°C y a continuación en el plazo de una hora a 180°C. Esta temperatura se mantiene hasta que se haya separado por destilación aproximadamente 1 mol de agua de condensación. Después de enfriar la amida formada a unos 100°C se introducen, bajo agitación, 20 30 g de úrea, la temperatura se aumenta de nuevo a 130 - 140°C. Bajo disociación de amoníaco se mantiene a una temperatura de unos 140°C durante 2 horas y a continuación se calienta en el plazo de 80 minutos a 180°C y se succiona con un ligero vacío. Una muestra pequeña de este producto de condensación tomada se enfría a temperatura ambiente. El producto 25 se puede dispersar bien en agua caliente.

30 Después de enfriar el preparado a 70°C se agregan 60 g de paraformaldehído y la temperatura se vuelve a subir a 110°C; ahora se acidifica con algo de ácido clorhídrico, se sigue manteniendo a 110°C durante 10 minutos, obteniéndose así

un policondensado insoluble.

Después de esta reacción se dispone de una fusión marrón de un policondensado de N-metilolamida modificada con grasa. La fusión solidifica al enfriar a un cuerpo resinoso, sólido, insoluble, que tiene un punto de plastificación de unos 98 - 102°C y que no se puede dispersar en agua caliente (Producto B).

Con este producto B se preparó una emulsión B como descrito para la obtención de la emulsión A, es decir, bajo las mismas condiciones y empleando el mismo emulsionante (Emulsión B).

Las dos emulsiones A y B se comprobaron como suavizantes aplicando estas emulsiones en la forma usual tanto sobre un popelin de algodón mercerizado, blanqueado y ópticamente preblanqueado (peso por m<sup>2</sup> 126 g) así como también sobre una sarga de poliéster/viscosa 67/33 teñida (peso por m<sup>2</sup> 190 g) mediante impregnación y exprimido hasta una recepción de flota de un 65 % y esto con las siguientes flotas:

- |          |   |
|----------|---|
| Flota 1) | 1 litro de agua conteniendo                 |
|          | 40 g de la emulsión A, o bien B             |
| Flota 2) | 1 litro de agua conteniendo                 |
|          | 40 g de la emulsión A, o bien B,            |
|          | 60 g de dimetiloletilenúrea y               |
|          | 15 g de hexahidrato de cloruro de magnesio. |

Después de foulardar se seca a 130°C y en el caso de la flota 2) se condensa a continuación aún durante 4 minutos a 150°C.

Después de un tiempo de 48 horas se comprueba en el tejido de algodón el tacto, amarilleamiento, olor a pescado, ángulo de arrugamiento y amarilleo por cloro, mientras

en la sarga de poliéster/viscosilla solamente se comprueba el tacto, ya que debido al teñido y a la clase del tejido los demás métodos de ensayo no son críticos en este tejido.

5 La superioridad de la emulsión de la presente invención se puede apreciar en las tablas a continuación:

Flota 1)

		E m u l s i o n	
		A	B
<u>Popelin de algodón</u>			
	Tacto original	10	4
10	Tacto después de 1 lavado a 60°C	6	3
	Amarilleamiento	ninguno	claramente
	Olor a pescado	ninguno	algo
<u>Sarga de poliéster/viscosilla</u>			
15	Tacto original	9	4
	Tacto después de 1 lavado a 60°C	7	3

Flota 2)

		E m u l s i o n		
		ninguna	A	B
<u>Popelina de algodón</u>				
	Tacto	1	9	3
	Amarilleamiento	ninguno	ninguno	claramente
	Olor a pescado	ninguno	ninguno	fuerte
25	Angulo de arrugamiento Ø de trama y urdimbre	125°	135°	122°
	Amarilleamiento por cloro después de clorar y quemar según AATCC	ninguno	ninguno	algo
<u>Sarga de poliéster/viscosilla</u>				
30	Tacto	1	9	3

La clasificación del tacto 1 - 10, siendo 1 el tacto sin emulsión de suavizante y 10 un tacto extremadamente blando y suave y superficialmente liso.

Ejemplo 2

5                   216 g de ácido graso de coco industrial (1 mol) con un índice ácido de 250 a 260 y un índice de saponificación de 251 a 261 y 284 g de ácido estearínico (1 mol) se funden juntos en un matraz de 3 cuellos dotado de agitador, termómetro y refrigerador de destilación y se hace reaccio-  
10                   nar con 104 g de dietilentriamina (1 mol), como descrito en el ejemplo 1. Si el índice ácido se encuentra por debajo de 5 se enfría a 100 a 110°C y se agregan 60 g de úrea (1 mol) y se mantiene durante unas 2 1/2 horas a 140°C. A continuación se aumenta la temperatura a 180°C y el amoniaco aún conteni-  
15                   do se separa por succión o bien se expulsa mediante soplado de nitrógeno. Después de enfriar se obtiene un producto de condensación duro que es muy adecuado como producto previo para la obtención de un suavizante o bien agente preparador de materiales fibrosos.

20                   El ácido graso de coco industrial arriba mencionado contiene aproximadamente un 2 % de ácido caprínico, un 52 % de ácido laurínico, un 22 % de ácido miristínico, un 10 % de ácido palmítico, un 3 % de ácido esteárico y un 11% de ácido oléico (indicaciones en % en peso).

25                   Ejemplo 3

                  En un aparato como descrito en el ejemplo 1 se funden juntos 424 g de ácido esteárico (unos 1 1/2 moles) y 162 g de ácido behénico (1/2 mol) con un índice ácido de 162

a 166 y lentamente se agregan 104 g de dietilentriamina a 110°C. Se calienta a 180 a 220°C hasta que el índice ácido haya bajado a menos de 5. Se obtienen aquí unos 40 g de destilado. La amida de ácido graso se enfría a 100° y bajo agitación se introducen 60 g (1 mol) de úrea. La temperatura se aumenta lentamente a 140°C y se mantiene durante unas 2 horas a esta temperatura. A continuación se calienta a 180°C y, como descrito en los ejemplos 1 y 2, se retira el amoniaco de la masa de reacción. Después de enfriar se obtiene un producto de condensación extremadamente frágil que como suavizante y antiestático en forma de la emulsión acuosa a continuación, que se mantiene líquida hasta unos 0°, muestra excelentes propiedades, le da a los textiles un tacto especialmente muy suave y flexible y una elevada solidez a la sublimación.

La reacción con paraformaldehído y emulsionado del producto de condensación de arriba se efectúa como sigue:

680 g del producto de condensación se funden junto con 260 g de un alquilpoliglicoléter (producto de adición de unos 80 moles de óxido etilénico con 1 mol de alcohol graso con 16 - 18 átomos de carbono) a 100 a 110°C y a continuación se introducen y agitan en la fusión 90 g de paraformaldehído. La mezcla se calienta a 140°C y se trata durante 15 minutos. Después se enfría la mezcla de reacción a 100 - 105°C y en chorro fino y bajo agitación se agregan 1100 g de agua caliente (unos 75°C). La temperatura no deberá bajar durante esta adición del agua a menos de 85°. Después de la adición de agua se calienta la emulsión formada a 90 a 95°C y se agita inténsamente durante unos 60 minutos. A continuación se enfría rápidamente a 60°C y se agregan otros 1300 g

de agua fría. Finalmente se ajusta la emulsión con unos 30 g de ácido acético a un pH de 4.

#### Ejemplo 4

5 325 g de ácido graso de aceite de palma de coco industrial con un índice ácido de 248 a 258 y un índice de saponificación de 249 a 259 se funden junto con 200 g de ácido de cera de montana con un índice ácido de 120 a 140 y un índice de saponificación de 140 a 160 y se agregan lentamente 132 g de dipropiltriamina (1 mol). La mezcla se calienta a 190°C hasta que el índice de ácido sea inferior a 5. Después se enfría rápidamente a 100°C y se agregan 45 g de úrea y se condensa como descrito en el ejemplo 1. Después de enfriar a 100°C se sigue reaccionando con 90 g de paraformaldehido.

15 Después de enfriar se ha obtenido un producto de condensación frágil. Para la elaboración a una emulsión manejable, acuosa, se puede introducir en el producto de condensación inmediatamente el emulsionante seleccionado, preferentemente el alquilpoliglicoléter, por fusión, e introducir y agitar la fusión (100°C) en agua presentada (70 a 80°C). Para homogenizar se calienta la emulsión a 90 - 95°C y se agita durante unos 30 minutos. A continuación se enfría rápidamente en caso dado se diluye con agua fría a la concentración deseada y con ácido clorhídrico se ajusta a un pH de 6.

20

25 La emulsión así obtenida, ajustada, por ejemplo, a un contenido en materia sólida de un 25 % da, ya en una concentración de 20 - 30 g/l con una recepción de flota usual de un 60 - 80 %, referido al material textil seco, a los textiles un tacto agradable, blando, de superficie lisa, mejora su resisten-

cia al rasgado y a la abrasión y aumenta, especialmente en los tejidos que contienen productos sintéticos, así como en los tricotitados, su aptitud al cosido.

5 El ácido graso de aceite de palma de coco arriba mencionado contiene aproximadamente un 2 % de ácido caprínico, un 51 % de ácido laurínico, un 16 % de ácido miristínico, un 10 % de ácido palmítico, un 3 % de ácido esteárico y un 17 % de ácido oléico (indicaciones en % en peso).

Ejemplo 5

10 En el aparato descrito en el ejemplo 1 se funden juntos 173 g (1 mol) de ácido caprínico y 284 g (1 mol) de ácido esteárico y a 100 - 120°C se agregan lentamente 132 g de dipropilentriamina. La mezcla se calienta a 180 - 190°C hasta que se tenga un índice ácido inferior a 5. Se obtiene  
15 así un destilado de unos 38,0 g. A continuación se enfría rápidamente a 100°C y bajo agitación se introducen 30 g (1/2 mol) de úrea y se condensa como ya se ha descrito en los ejemplos de arriba bajo disociación de NH<sub>3</sub>. Después de la condensación se vuelve a enfriar a 90-100°C y se metiloliza con 45 g de  
20 paraformaldehído.

Para la preparación de una emulsión manipulable se funden 160 g de alquilpoliglicoléter (producto de adición de unos 30 moles de óxido etilénico con 1 mol de alcohol graso con 12 a 18 átomos de carbono) y a continuación se agregan  
25 a 90 - 100°C bajo agitación en forma de chorro fino 1000 g de agua caliente (70°C) de manera que la temperatura no baje de 70 - 75°C. Para completar la homogenización se calienta la emulsión aún durante unos 30 - 60 minutos a 90 - 95°C, después se enfría a 60°C y se diluye con otros 1200 g de agua

fría. La emulsión se ajusta con unos 36 g de ácido glicólico (57 %) a un pH de 4.

#### Ejemplo 6

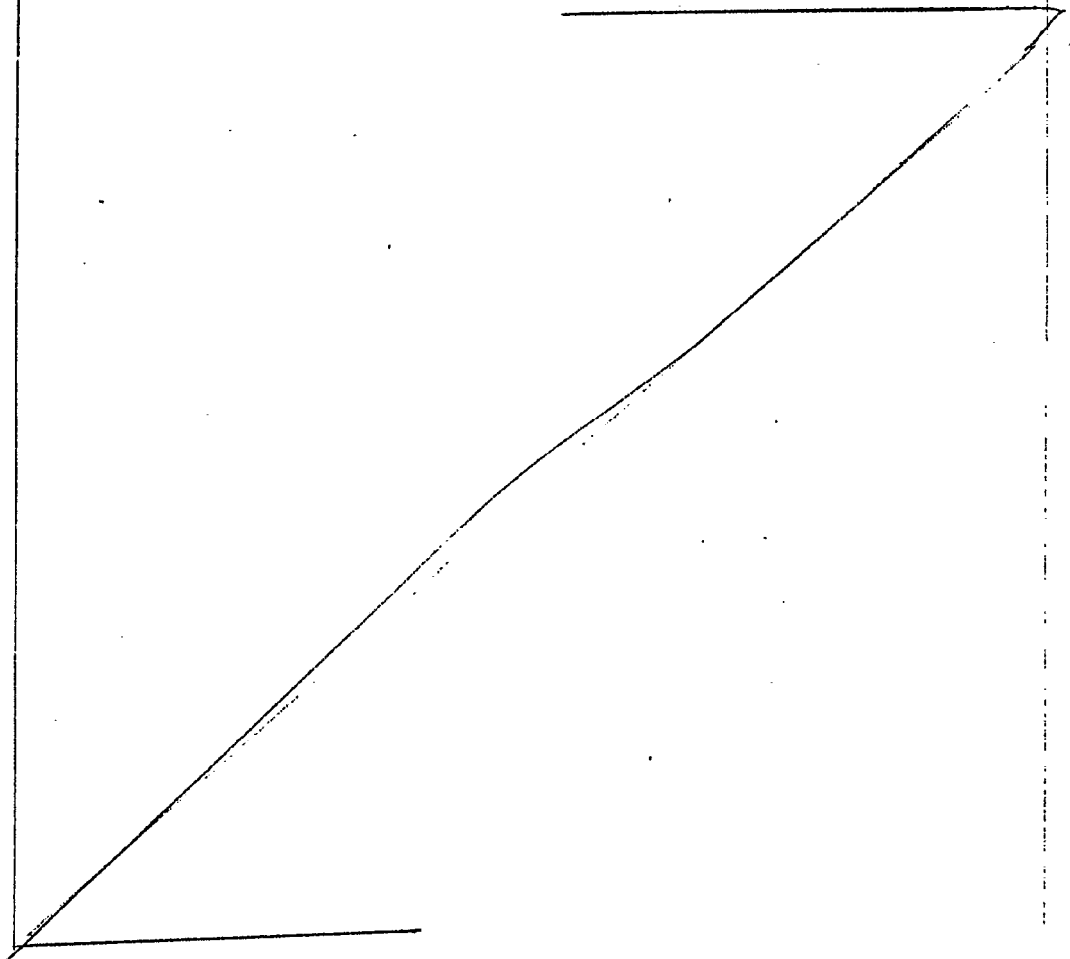
5 En 564 g (2 moles) de ácido oléico se introducen a 80 - 90°C 104 g de dietilentriamina y bajo disociación de agua se calienta a 190°C hasta que el índice ácido esté por debajo de 5 (destilado unos 39 g). A continuación se enfría a 100°C y, como ya se ha descrito, se condensa con 40 g de úrea bajo disociación de NH<sub>3</sub> a 140 - 190°C. Para retirar mejor el 10 NH<sub>3</sub> disociado de la masa de reacción se succiona con vacío. A continuación se enfría a 90°C, se hace reaccionar con 60 g de paraformaldehído a 120 - 140°C y con unos 10 g de ácido fosfórico (al 85 %) se ajusta a un pH de 5,0 - 6,0. Para el 15 ajuste de la cantidad de ácido fosfórico necesaria para este pH es conveniente determinar ésta a base de una muestra previa con el producto de condensación mezclado con agua caliente en proporción 1:5.

20 Para la aplicación sobre textiles y cuero a partir de disolvente, tal como tetracloroetileno y para la mejor manipulación se ajusta el producto así obtenido con el disolvente arriba mencionado a por ejemplo, un 25 %. El producto al 25 % así obtenido se emplea en una cantidad de 40 g por litro de disolvente orgánico sobre vestimenta por impregnación, centrifugado (recepción de flota un 70 % aproximadamente) y secado y da un tacto especialmente suave, superficialmente liso. No se puede observar ninguna variación de la 25 tonalidad de color ni tampoco ningún olor desagradable.

Ejemplo 7

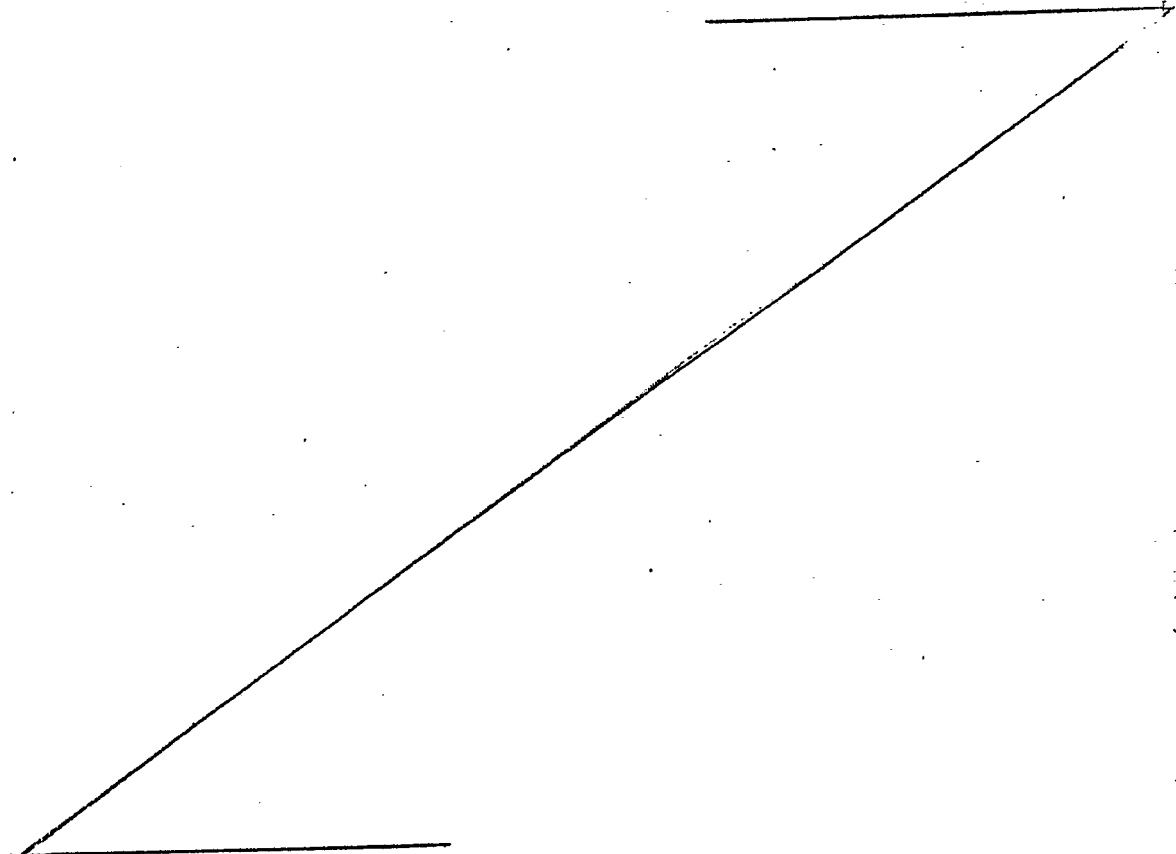
Un tricotado de poliamida (fijado, blanqueado y encogido; 234 g/m<sup>2</sup>) de hilos de poliamida fuertemente rizados, un tejido de poliéster (lavado y fijado; 200 g/m<sup>2</sup>) de hilo sin-fin de poliéster texturizado y un tricotado de nitrilo poliacrílico (en bruto, 200 g/m<sup>2</sup>) se tratan por el procedimiento de extracción con flotas (pH = 4 - 5) que contienen un x % de la emulsión de los productos de condensación descritos en el ejemplo 1, trabajándose con una proporción de flota de 1 : 30 a una temperatura de 40°C durante 30 minutos, centrifugando brevemente a continuación y secando a 80°C.

Los resultados figuran en la tabla a continuación:



Sustrato	Concentración "x"	Estatómetro Carga en Voltios/cm frotado con lana	Estatómetro Tiempo de descomposición medio (seg) después de frotar con lana	Megóhmiómetro Resistencia superficial $\Omega/cm^2$	Tacto
Tricotado de poliamida	0,0 %	20500	140	$5,4 \cdot 10^{16}$	-
	3,0 %	5000	82	$1,3 \cdot 10^{15}$	++
Tricotado de nitrilo de po- lisacrilo	0,0 %	48750	163	$2,8 \cdot 10^{16}$	-
	1,0 %	16400	32	$2,5 \cdot 10^{14}$	+++
	2,0 %	16400	28	$6,8 \cdot 10^{13}$	++++
Tejido de poliéster	0,0 %	28500	123	$1,8 \cdot 10^{16}$	-
	1,0 %	9500	15	$4,1 \cdot 10^{14}$	++
	2,0 %	8000	12	$1,2 \cdot 10^{14}$	++

Sustrato	Concentración "x"	Estatómetro Carga en Voltios/cm frotado con lana	Esta Tiem medi frot
Tricotado de	0,0 %	20500	
poliamida	3,0 %	5000	
Tricotado de	0,0 %	48750	
nitrilo de po-	1,0 %	16400	
liacrilo	2,0 %	16400	
Tejido de	0,0 %	28500	
poliéster	1,0 %	9500	
	2,0 %	8000	



Estatómetro

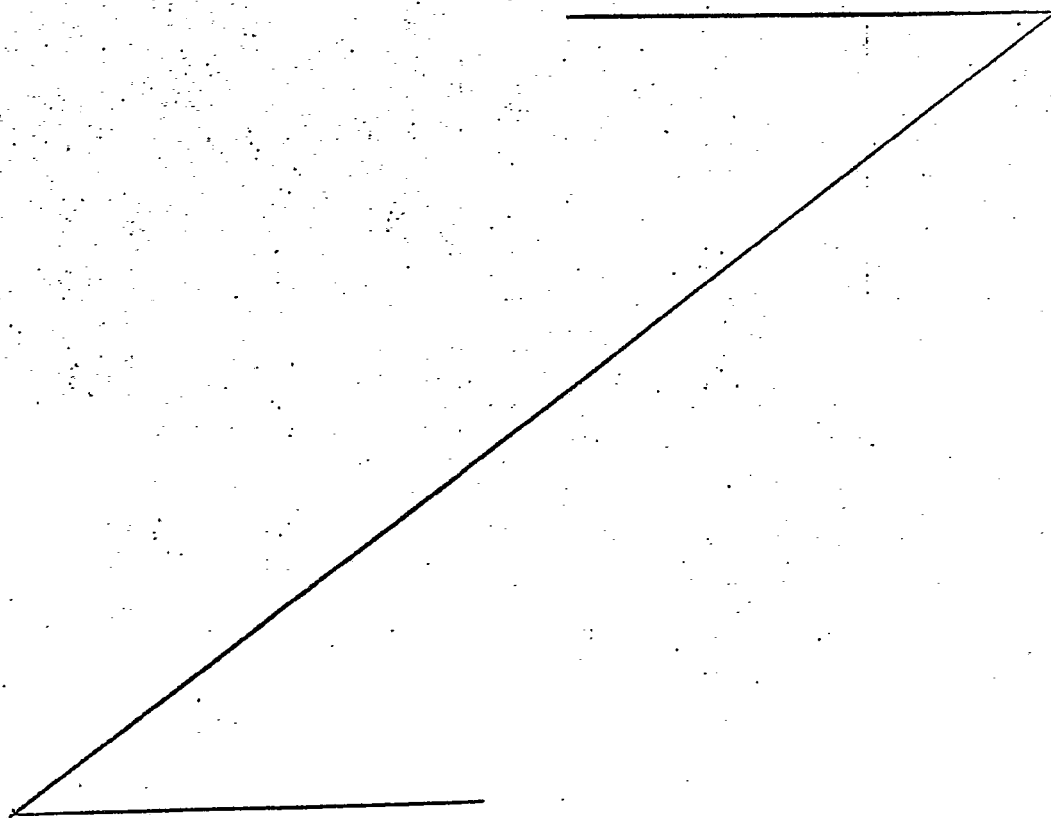
Tiempo de descomposición  
medio (seg) después de  
frotar con lana

Megóhmiómetro

Resistencia superficial  
 $\Omega/\text{cm}^2$

Tacto

140	$5,4 \cdot 10^{16}$	=
82	$1,3 \cdot 10^{15}$	++
163	$2,8 \cdot 10^{16}$	=
32	$2,5 \cdot 10^{14}$	+++
28	$6,8 \cdot 10^{13}$	++++
123	$1,8 \cdot 10^{16}$	=
15	$4,1 \cdot 10^{14}$	++
12	$1,2 \cdot 10^{14}$	++



Para los valores indicados vale el siguiente enjuiciamiento o bien prescripciones de comprobación:

1) Tacto:

Aquí se tomo como base la siguiente escala:

- 5 = como sin tratar.  
+ levemente suave  
++ tacto claramente suave  
+++ buen tacto suave y blando  
++++ muy buen tacto suave y blando

10 2. Comportamiento electroestático

a) La medición de la carga (Voltios/cm) se efectuó frotando con lana en el estatómetro según R. Hase y medición de los tiempos de descomposición medios (segundos) de las cargas aplicadas.

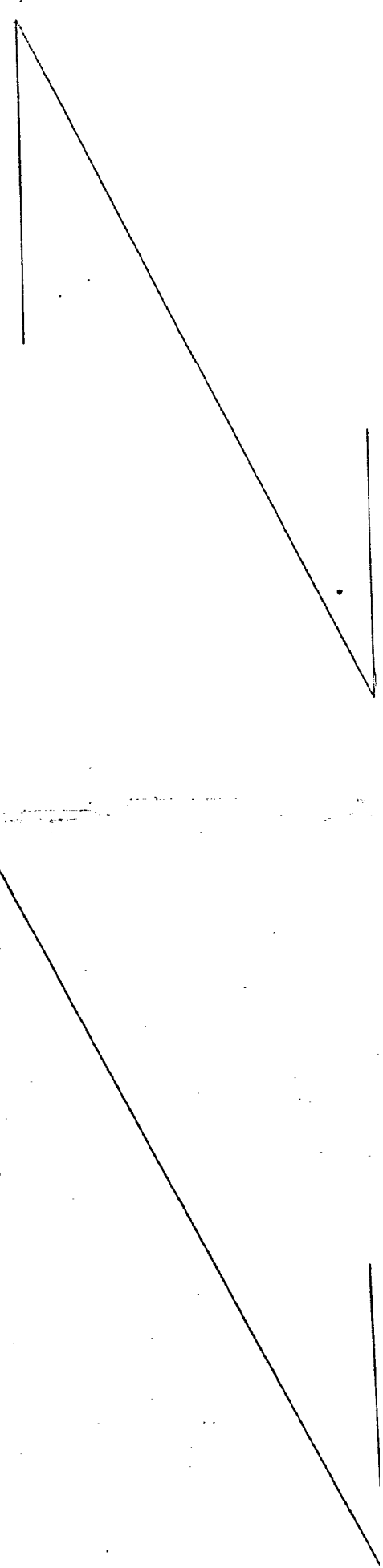
15 b) La determinación de la resistencia superficial específica ( $\Omega/\text{cm}^2$ ) se determinó con un "High Resistance-Meter"(4329 A) (Hewlett-Packard).

Ejemplo 8

20 El tricotado de poliamida mencionado en el ejemplo 7 y un tejido de fibra de nitrilo poliacrílico (lavado y blanqueado;  $138 \text{ g/m}^2$ ), así como un tejido de fibra de poliéster (fijado y blanqueado;  $130 \text{ g/m}^2$ ) se impregnan en una flota que contiene 5, 10 y 20 g/l de la emulsión del producto de condensación indicado en el ejemplo 5, se exprime a una  
25 recepción de flota de un 65 % y se seca a  $80^\circ$ .

Los resultados figuran en la tabla a continuación donde, para fines de comparación, se indica también el valor de una muestra sin tratar.

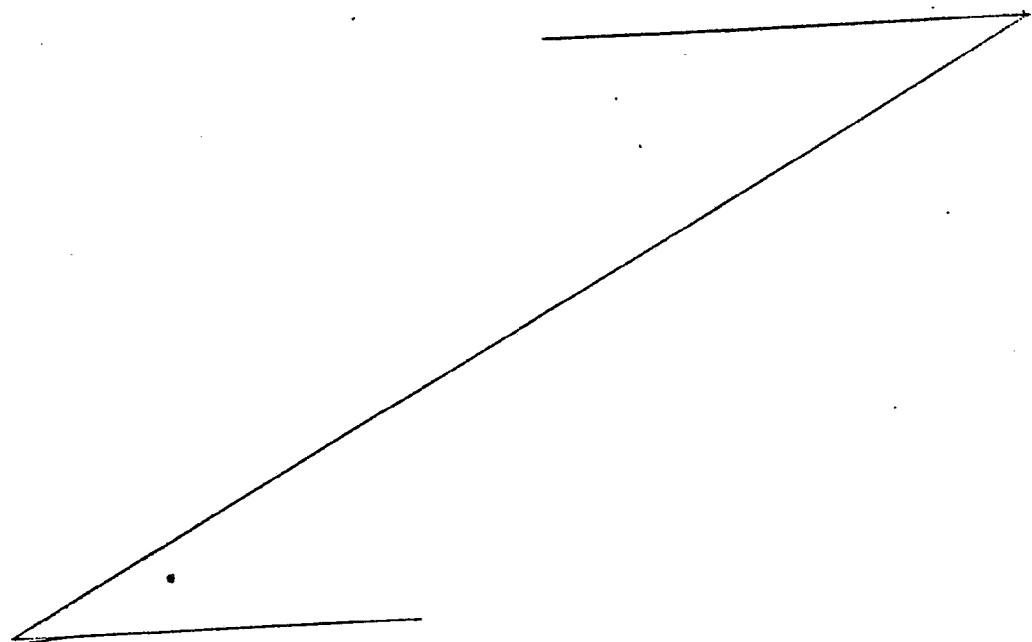
Sustrato	Concentración	Estatómetro Carga en Voltios/cm frotado con lana	Estatómetro Tiempo de descomposición medio (seg) después de frotar con lana	Megohiómetro Resistencia superficial $\Omega/cm^2$	Tacto (Evaluación como en el ejemplo 7)
Tricotado de Poliamida	5 g/l 10 g/l 20 g/l 0 g/l	3000 0 750 20500	45 0 1 140	$6,0 \cdot 10^{14}$ $2,3 \cdot 10^{14}$ $1,9 \cdot 10^{14}$ $5,4 \cdot 10^{16}$	++ +++ +++ =
Tejido de fibra de nitrilo poli- acrílico	5 g/l 10 g/l 20 g/l 0 g/l	7500 3000 125 20000	3 2 1 58	$5,6 \cdot 10^{14}$ $1,9 \cdot 10^{14}$ $3,8 \cdot 10^{13}$ $9,4 \cdot 10^{14}$	+++ ++++ ++++ =
Tejido de fibra de poliéster	5 g/l 10 g/l 20 g/l 0 g/l	1500 400 0 10500	1 1 0 25	$9,4 \cdot 10^{12}$ $3,0 \cdot 10^{13}$ $3,8 \cdot 10^{13}$ $3,8 \cdot 10^{15}$	++ ++ +++ =



Sustrato	Concentración	Estatómetro Carga en Voltios/cm frotado con lana	Estató Tiempo medio frotar
Tricotado de Poliamida	5 g/l	3000	4
	10 g/l	0	
	20 g/l	750	
	0 g/l	20500	14
Tejido de fibra de nitrilo poli- acrílico	5 g/l	7500	5
	10 g/l	3000	
	20 g/l	125	
	0 g/l	20000	
Tejido de fibra de poliéster	5 g/l	1500	2
	10 g/l	400	
	20 g/l	0	
	0 g/l	10500	

Estatómetro	Megohmiómetro	Tacto (Evaluación como en el ejemplo 7)
Tiempo de descomposición medio (seg) después de rotar con lana	Resistencia superficial $\Omega/\text{cm}^2$	

45	$6,0 \cdot 10^{14}$	++
0	$2,3 \cdot 10^{14}$	+++
1	$1,9 \cdot 10^{14}$	+++
140	$5,4 \cdot 10^{16}$	=
3	$5,6 \cdot 10^{14}$	+++
2	$1,9 \cdot 10^{14}$	++++
1	$3,8 \cdot 10^{13}$	++++
58	$9,4 \cdot 10^{14}$	=
1	$9,4 \cdot 10^{12}$	++
1	$3,0 \cdot 10^{13}$	++
0	$3,8 \cdot 10^{13}$	+++
25	$3,8 \cdot 10^{15}$	=



Ejemplo 9

Un hilo altamente henchido de poliacrilnitrilo se tiñe y dota de un tacto suave simultáneamente de la manera siguiente:

5 El hilo altamente henchido se trata con una flota que contiene un 1 % de colorante (C.J. Basic Blue 22), un 10 % de sal de Glauber, un 2 % de ácido acético al 80 %, un 1 % de un retardador usual y x % de la emulsión del producto de condensación obtenido según el ejemplo 1, en una proporción de flota de 1:30, calentándose la flota primeramente a 10 70°C, aumentando entonces la temperatura de la flota en el plazo de 30 minutos a 97°C y finalmente manteniendo durante 15 90 minutos a esta temperatura. Finalmente se enjuaga en la forma usual, se centrifuga y se seca a 80°C. Los resultados de estos aprestos figuran en la tabla a continuación, no habiéndose influenciado en forma alguna el teñido del hilo altamente henchido por el apresto:

Sustrato	Concentración "x"	Resistencia superficial $\Omega/cm^2$	Tacto (Evaluación como en ejemplo 7)
20 Hilo altamente henchido de nitrilo de poliacrilo	0 %	$3,8 \cdot 10^{15}$	=
	0,5 %	$2,8 \cdot 10^{13}$	+++
	1,0 %	$2,8 \cdot 10^{12}$	++++

N O T A  
=====

25 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no

alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a dos solicitudes de patente presentadas en la República Federal Alemana con fecha 14 de abril 1973, nº P 23 18 906.2 y con fecha 18 de enero de 1974 nº P 24 02 258.0, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PRODUCTOS DE CONDENSACION caracterizándose por lo siguiente:

1. Procedimiento para la obtención de productos de condensación de ácidos grasos superiores y polialquilenpoliaminas y ulterior reacción con úrea y, en caso dado ulterior reacción con formaldehído, caracterizado porque se hacen reaccionar ácidos grasos saturados y/o insaturados, alifáticos, de cadena recta y/o ramificada, monobásicos, como mínimo con 8 átomos de carbono y/o ácidos de cera de montana, bajo la condición de que como mínimo 40 moles-% se compongan de ácidos grasos saturados o simplemente insaturados, de cadena recta, como mínimo con 12 átomos de carbono, especialmente como mínimo con 14 átomos de carbono y/o ácidos de cera de montana, y dietilentriamina ó dipropilentriamina o de sus mezclas, en una proporción molar entre ácidos grasos y las mencionadas dialquilentriamina de aproximadamente 2:1, a continuación se calienta el producto de condensación de ácido graso-amina ("amida de ácido bis-graso") con úrea en una proporción molar de 1:0,5 a 1:1 bajo disociación de 0,5 - 1 mol de  $NH_3$  por mol de amida de ácido bis-graso empleado y, finalmente, preferentemente el producto de condensación de úrea obte-

nido se trata con 1 - 5 moles de formaldehido por mol de úrea.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como ácidos grasos se emplean mezclas industriales de ácidos grasos superiores, saturados o simplemente insaturados, alifáticos, monobásicos, con 12 a 24 átomos de carbono.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como dialquilentriamina se emplea dietilentriamina.

4. Procedimiento para la obtención de productos de condensación, tal y como sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 29 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 10 ABR. 1974

CHEMISCHE FABRIK PFERSEE GMBH

L. GÓMEZ ACEVEDO Y HEREDIA  
P. B. Firmador L. Góme Acevedo