



429415

D06M

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

por "PROCEDIMIENTO PARA EL APRESTO DE MATERIALES DE FIBRA ORGANICOS", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para el apresto de materiales de fibra orgánicos, y en particular a un procedimiento para producir efectos hidrofobantes y de suavidad de tacto en material textil de celulosa natural o regenerada o de fibras orgánicas sintéticas.

5.

El nuevo procedimiento consiste en tratar por el método térmico seco, con un aceite de silicona de una gama de viscosidad de 1 a 1000 centistokes a 25° C, un material de fibra orgánico previamente tratado con un catalizador del endurecimiento.

10.



El tratamiento con el aceite de silicona puede efectuarse en toda la superficie o por lugares; se realiza convenientemente aplicando el aceite de silicona a un soporte auxiliar inerte, poniendo en contacto el soporte, de preferencia por la cara tratada, con el material de fibra, sometiendo el soporte y el material de fibra a una acción térmica de 80° C a lo menos, y preferentemente de 150° C a lo menos, y separando del soporte el material de fibra.

- 5.
10. El soporte auxiliar necesario según este procedimiento puede ser sin fin o ajustado a las formas del género textil que se hayan de tratar, es decir, puede estar cortado en trozos más cortos o más largos. Normalmente no presenta ninguna afinidad para la preparación empleada.
15. De conveniencia es una cinta flexible, preferentemente estable en volumen, una tira o una lámina, de preferencia con superficie lisa, que son termoestables y que pueden estar constituidas por materiales del carácter más diverso; por ejemplo, por metal (como una hoja de aluminio o de acero), plástico, papel o estructuras planas textiles, como el tejido de fibras de vidrio, que eventualmente pueden estar recubiertas de una película de resina vinílica, de etilcelulosa, de resina poliuretánica o de politetrafluoroetileno. De conveniencia, se emplean láminas flexibles de aluminio o, sobre todo, de papel.
- 20.
- 25.

Los aceites de silicona utilizados según este invento son en su mayoría conocidos o pueden prepararse por métodos ya conocidos.

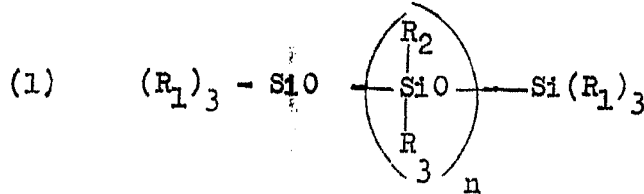
Aceites de silicona especialmente aptos son



los polisiloxanos que presentan a 25° C una viscosidad de 1 (de conveniencia, 10) a 300 centistokes.

Tales aceites de silicona son con ventaja polisiloxanos lineales de la fórmula

5.



en la que

10.

R_1 significa alquilo de 1 a 4 átomos de carbono (de preferencia, metilo);

R_2 y R_3 independientemente uno de otro, significan hidrógeno, alquilo (eventualmente substituído por halógeno o nitrilo) de 4 átomos de carbono a lo sumo o fenilo, que puede estar substituído por halógeno, metilo o metoxilo;

15.

y

n significa 2 a 300.

Estos aceites de silicona pueden utilizarse también en forma de sus mezclas.

20.

Quando R_1 , R_2 y R_3 significan radicales alquílicos, se trata con ventaja de radicales alquílicos de 1 a 4 átomos de carbono, como butilo, butilo secundario, propilo, isopropilo, etilo o, de preferencia, metilo. Cuando los radicales alquílicos en R_2 y R_3 están halogen-substituídos, presentan preferentemente átomos de flúor, de bromo o de cloro, como en el caso, por ejemplo, de 2,3-dibromopropilo, 2,3-dicloropropilo o 3,3,3-trifluoropropilo. En calidad de nitrilalquilo, R_2 y R_3 pueden constituir es-

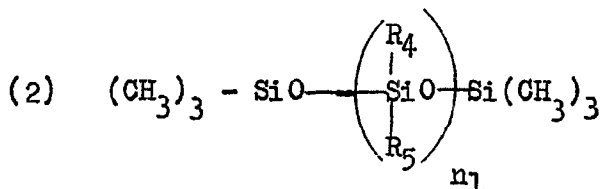
25.



pecialmente en el radical beta-cianoetilico.

Entre los aceites de silicona de la fórmula (1) tienen gran interés práctico especialmente los polisiloxanos de la fórmula

5.



en la que

10.

R_4 y R_5 , independientemente uno de otro, significan hidrógeno, metilo, fenilo o clorofenilo y n_1 significa 25 a 200.

Representantes típicos de los aceites de silicona de las fórmulas (1) y (2) son, por ejemplo :

15.

el poli-metil-cianoetil-siloxano,
el poli-metil-trifluoropropil-siloxano y
el poli-metil-clorofenil-siloxano, con viscosidad a 25° C de 50 a 350 centistokes,

pero preferentemente

20.

el polidimetilsiloxano, con viscosidad a 25° C de 40 a 200 centistokes y peso molecular medio de 3200 a 5600,
el poli-metil-fenilsiloxano, con viscosidad a 25° C de 200 centistokes y peso molecular medio de 2000,

y

25.

el poli-metil-hidro -siloxano, con viscosidad a 25° C de 20 a 40 centistokes y peso molecular medio de 1600 a 3400.

Otros polisiloxanos de la fórmula (1) especialmente apropiados son polisiloxanos bloqueados terminalmen-



- corriente de aire caliente) y que forman sobre el soporte una película fina, de conveniencia no pegajosa. A título de adhesivos apropiados que son solubles en los disolventes orgánicos cabe citar, por ejemplo, los ésteres de celulosa
5. (como la nitrocelulosa o el acetato de celulosa) y en particular los éteres de celulosa (como la metil-, etil-, propil-, isopropil-, bencil- o hidroxietil-celulosa), lo mismo que sus mezclas.
- En calidad de disolventes orgánicos pueden
10. entrar en cuenta los disolventes orgánicos o mezclas de disolventes orgánicos, miscibles o inmiscibles con el agua, con punto de ebullición inferior, a la presión normal, a 150° C y preferentemente a 120° C. Se emplean con ventaja hidrocarburos alifáticos, cicloalifáticos o
15. aromáticos, como el tolueno, el ciclohexano o el éter de petróleo; alcoholes inferiores, como el metanol, el etanol, el propanol y el isopropanol; ésteres de ácidos monocarboxílicos alifáticos, como el éster etílico o propílico del ácido acético; cetonas alifáticas, como la metiletil-
20. cetona e hidrocarburos alifáticos halogenados, como el percloroetileno, el tricloroetileno, el 1,1,1-tricloroetano o el 1,1,2-tricloro-2,2,1-trifluoroetileno. Disolventes especialmente preferidos son los ésteres alifáticos inferiores, las cetonas alifáticas inferiores y los alco-
25. holes alifáticos inferiores, como el acetato de butilo, la acetona, la metiletilcetona, el etanol, el isopropanol o el butanol, lo mismo que sus mezclas (por ejemplo, una mezcla de metiletilcetona y etanol en la relación de 1:1). La viscosidad deseada de las pastas para imprimir puede



ajustarse luego por adición de dichos adhesivos con un disolvente apropiado.

5. La relación ponderal entre los diversos componentes de la preparación de aceite de silicona utilizable para el aprestamiento hidrófobo puede ser muy diferente; por ejemplo, para los aceites de silicona que se han de transferir al material de fibra se halla entre 0,1 y 50 % en peso, para el adhesivo, cuando lo haya, entre 0,5 y 30 % en peso, para el disolvente orgánico o la mezcla de disolventes orgánicos, entre 20 y 99,4 % en peso, siempre respecto al peso total de la preparación. Al soporte auxiliar pueden aplicarse de 1 a 100 g, y preferentemente de 3 a 40 g, de aceite de silicona por m² del soporte.

10. Las preparaciones se componen disolviendo o dispersando finamente el aceite de silicona en el disolvente, eventualmente en presencia de un adhesivo estable por debajo de los 250° C.

15. Estas preparaciones se aplican igualmente al soporte auxiliar, por ejemplo mediante rociadura, extensión o rasqueta. Después de la aplicación de las preparaciones al soporte es ventajoso secarlas, por ejemplo por medio de una corriente de aire caliente o mediante rayos infrarrojos, eventualmente con recuperación del disolvente empleado.

20. Luego se pone la cara tratada del soporte en estrecho contacto con la superficie del material de fibra que se ha de aprestar y juntos, eventualmente con presión mecánica, se les somete a una acción térmica de 80° C a lo menos y preferentemente de 150 a 210° C.



Estas temperaturas se mantienen preferentemente por 30 a 120 segundos, hasta que los aceites de silicona conformes a la definición han pasado al material de fibra.

5. Las modificaciones en la temperatura y en el tiempo, a igualdad del aceite de silicona, pueden proporcionar efectos hidrofobantes correspondientes. Es por lo tanto posible regular, por medio de la temperatura y el tiempo de transferencia, el paso de los aceites de silicona al material de fibra y en consecuencia el apresto hidrófobo de los lugares tratados.
- 10.

- La acción térmica puede realizarse de diversas maneras conocidas; por ejemplo, mediante una placa calefactora o mediante el paso por una zona de caldeo en forma de túnel, mediante un tambor calefactor caliente, con ventaja en presencia de un rodillo antagonista, caldeado o no caldeado, que ejerza presión o de una calandria caliente, o aún mediante una placa caldeada (plancha de ropa o prensa caliente), eventualmente en vacío, que esté previamente calentada a la temperatura necesaria por medio de vapor, aceite o rayos infrarrojos o que se halle en una cámara calefactora previamente caldeada. Una vez terminado el tratamiento térmico, se separa del soporte el género textil.
- 15.
- 20.

25. Según este invento se emplea material de fibra orgánico que primeramente se ha tratado con un catalizador del endurecimiento para los polisiloxanos. El tratamiento con catalizador del material de fibra se efectúa, por ejemplo, mediante rociadura, enrase o sumersión. Con ven-



taja se impregna el material de fibra en un fular con una solución o emulsión acuosa u orgánica de catalizador al 2 a 10 %. A continuación es recomendable un secado a temperaturas de 50 a 140° C del tratamiento previo aplicado.

5. Sin embargo, de preferencia el tratamiento previo con catalizador se efectúa por el método térmico seco. En este caso las condiciones de transferencia (como, por ejemplo, soporte auxiliar, adhesivo, disolvente, temperaturas, tiempo e instalaciones) corresponden a las que se aplican para la transferencia de los aceites de silicón. Una diferencia consiste en que los catalizadores pueden aplicarse al material de fibra ya al cabo de 10 segundos. La concentración de catalizador aplicada debe ser normalmente de 0,03 a 1 % en peso, y preferentemente de 0,05 a 0,3 % en peso, respecto al peso del material de fibra. En la elección del catalizador se toma en cuenta de una parte los tipos de fibra y los aceites de silicón utilizados y de otra parte la temperatura a la que los catalizadores soportan la transferencia sin descomponerse.
- 10.
- 15.
20. En calidad de catalizadores son aptos con ventaja los compuestos de aluminio, titanio, circonio, zinc o estaño, como, por ejemplo, las sales de titanio, de zinc y de estaño o los sales de dióxido de circonio hidratado, lo mismo que las sales de aluminio, solubles en agua, de ácidos orgánicos o inorgánicos como el ácido fórmico, el ácido acético, el ácido clorhídrico o el ácido sulfúrico.
- 25.

Ejemplos apropiados de los catalizadores utilizables según este invento son los productos siguientes, ob-



- tenibles en el comercio. oxícloruro de circonio, nitrato de zinc, cloruro de zinc, cloruro de estaño o mezclas (por ejemplo, de oxícloruro de circonio y cloruro de estaño), además del isopropóxido de titanio, el ácido graso de circonio, el dilaurato de dibutil-estaño, el dioctoato de dibutil-estaño, el octoato de estaño y los aductos epoxi-aminicos.
- 5.

- El material de fibra puede estar teñido o sin teñir. En calidad de material de fibra que puede ser aprestado de acuerdo con este invento entran en cuenta las fibras orgánicas naturales y sintéticas. A título de fibras naturales merecen mención: el algodón, la lana o la seda; y a título de fibras sintéticas: celulosa regenerada, como la viscosa, fibras de ésteres de celulosa, como las fibras de 2 l/2-acetato y triacetato de celulosa, fibras de poli-
15. amida, como las de poli-2-caprolactama (poliamida 6), adipato de polihexametilen-diamina (poliamida 6,6) y ácido poli-omega-aminoundecánico (poliamida 7), fibras de poliuretanos o poliolefinas, como las fibras de polipropileno,
20. fibras de poliésteres lineales, como las fibras de tereftalato de polietilenglicol o de tereftalato de poli-(1,4-ciclohexan-dimetilol), fibras de poliacrilonitrilo o fibras sintéticas de poliéster o poliamida con modificación ácida.

25. Pero preferentemente se trata de material textil de algodón o, sobre todo, de fibras de poliésteres lineales, en particular de tereftalato de polietilenglicol, o de una mezcla de estos tipos de fibras.

Estos materiales de fibras pueden emplearse tam-



bién como tejidos mixtos de mezcla entre sí o con otras fibras; por ejemplo, mezclas de poliacrilonitrilo y poliéster, de poliamida y poliéster, de poliéster y viscosa, de poliéster y lana y, sobre todo, de poliéster y algodón.

5. El material de fibra puede hallarse en los más diversos estadios de elaboración, especialmente en forma de tejidos, géneros de punto, vellones de fibra o recubrimientos textiles para el suelo, como alfombras de fieltro de aguja.

10. El apresto hidrófobo producido por el procedimiento de este invento es, con la elección apropiada de los aceites de silicona utilizados, resistente al lavado a temperaturas hasta 60° C y presenta muy buen efecto de perleo, juzgado por el procedimiento AATCC Spray-Test 22-1967

15. (AATCC Technical Manual, págs. 230-231, 1967) o por el procedimiento de spray basado en las normas SNV 98576 (1954) y ASTM D 583-40T (ASTM Standards 1944, III, página 1977), a base de la capacidad de absorción de agua después de breve riego y expresado en el porcentaje del peso en seco del material de fibra.

20.

En los ejemplos que siguen, los porcentajes son porcentajes en peso.

EJEMPLO 1

25. Se elabora una pasta con 650 g de polidimetilsiloxano de 40 a 200 centistokes de viscosidad a 25° C y 100 g de etilcelulosa en 1000 g de una mezola de 500 g de alcohol etílico y 500 g de metiletilcetona. Se enrasa esta pasta con rasqueta sobre un soporte de papel, dosificándola de modo que por m² de soporte estén distribuidos uniforme-



mente 6,5 g de polidimetilsiloxano. Sobre el soporte de papel así preparado se coloca un popelín de algodón (135 g/m²) que primeramente se ha rociado de modo uniforme con una solución acuosa de oxícloruro de circonio al 5% para que después de rápido secado a la temperatura del ambiente la aplicación de catalizador fuera de 0,2 % respecto al peso del algodón. El soporte de papel y el popelín de algodón se calientan durante 45 segundos entre dos placas caldeadas a 200° C y luego se separan uno de otro.

- 5.
10. Después de este aprestamiento, el popelín de algodón aprestado hidrófobamente muestra un índice Spraytest de 70 por el método Spraytest 22-1967 de la AATCC y es resistente al lavado a 40-50° C.

EJEMPLO 2

15. Se elabora una pasta por agitación durante una hora de 650 g de poli-metilfenilsiloxano de 200 centistokes de viscosidad a 25° C y 100 g de etilcelulosa en 900 g de una mezcla de 450 g de alcohol etílico y 450 g de metil-etilcetona. Se aplica esta pasta por enrase en toda la superficie a un soporte de papel de modo que queden uniformemente distribuidos 6,5 g del aceite de silicona por m² del soporte de papel.

20. Sobre el soporte de papel así revestido se deposita un tejido de tereftalato de polietilenglicol (135 g/m²) que se ha tratado previamente con ácido graso de circonio disuelto en percloroetileno y que después de la evaporación del disolvente presentaba una aplicación de catalizador de 0,1 % respecto al peso del tejido de poliéster. Luego se ponen el soporte y el tejido en contacto
- 25.



durante 45 segundos entre placas de metal caldeadas a 195° C y se los separa después del calentamiento.

5. El tejido aprestado ha adquirido un tacto suave y tiene muy buenas propiedades hidrófobas. Presenta la nota de hidrofobia 70 por el método Spraytest normal de la AATCC y es resistente al lavado a 40-50° C.

EJEMPLO 3

10. El soporte de papel preparado según el Ejemplo 2, pero con empleo de 650 g de polimetil-hidrosiloxano (viscosidad a 25° C: 20 a 40 centistokes) en lugar del polimetil-fenilsiloxano, se coloca en toda la superficie sobre un tejido de 135 g de tereftalato de polietilenglicol por m² que está impregnado con 0,1 % (respecto al peso del tejido) de un compuesto epoxídico básico o 0,3 % (respecto al peso del tejido) de una mezcla de cloruro de estaño y dilaurato de dibutil-estaño. Luego se calientan el soporte de papel y el tejido entre dos placas de metal caldeadas a 195° C, durante 45 minutos, y a continuación se los separa.

15. Después del aprestamiento hidrófobo este tejido de poliéster muestra un índice Spraytest AATCC de 100 y resiste el lavado a 40-50°C.

20. Se obtienen efectos hidrofobantes semejantes si, procediendo en lo demás de la misma manera, en lugar del tejido de poliéster se emplea tejido de nilón, de lana o de fibras de poliacrilonitrilo.

EJEMPLO 4

25. Si se procede tal como se ha descrito en el Ejemplo 3, pero con empleo de un tejido mixto (130 g/m²)



- de tereftalato de polietilenglicol y popelín de algodón (relación de mezcla: 1:1), teñido y que presenta una aplicación de catalizador de cloruro de estaño/dilaurato de dibutil-estaño de 0,3 %, en lugar del tejido de poliéster, la mezcla de fibras adquiere igualmente un apresto claramente hidrófobo: nota 100 del Spraytest de la AATCC y resistencia al lavado a 40-50° C.
- 5.

- Se consiguen efectos hidrofobantes semejantes si, procediendo en lo demás de la misma manera, en lugar de la mezcla de poliéster y algodón se emplea tejido mixto de poliacrilonitrilo y poliéster, de poliamida y poliéster o de poliéster y lana con la misma aplicación de catalizador.
- 10.

EJEMPLO 5

15. Sobre soportes de papel que están provistos de 10 g/m² de un polidimetil-metil-hidrosiloxano del peso molecular y el contenido de hidrosilano que se indica en la Tabla 1 que sigue, se depositan tejidos de fibras cortadas de poliamida 6,6 (140 g/m²) que previamente se han impregnado con una solución acuosa de dilaurato de dibutil-estaño y que después del secado a 80° C presentaban una aplicación de catalizador de 0,2 % respecto al peso del tejido de poliamida.
- 20.

- El tejido y el soporte de papel se calientan luego durante 45 segundos entre placas de metal caldeadas a 195° C y a continuación se separan.
- 25.

Los tejidos de poliamida así aprestados hidrófobamente resisten al lavado a 40-50° C y presentan los índices de absorción de agua porcentuales, averiguados en



la Spraytest, que figuran en la Tabla I que sigue.

TABLA I

Ejem- plo nº	Peso molecular del aceite de silicona	Contenido de SiH en cc/g	Spraytest: % de absorción de agua
5. 1	1,500 - 1,400	314	3
2	400	241	26
3	900	297	17
4	390	213	29
10. 5	930	280	45
6	520	251	21
7	330	159	25

EJEMPLO 6

15. Se incorporan 140 g de di-2-etil-hexoato de dibutil-estaño con 100 g de etilcelulosa a una mezcla de 500 g de alcohol etílico y 500 g de metiletilcetona. La pasta resultante se extiende con la rasqueta sobre un soporte de aluminio, dosificándola de manera que por m² de soporte estén distribuidos uniformemente 12 g de la pasta.

20. El soporte de aluminio así tratado se junta con un tejido de tereftalato de polietilenglicol de 150 g/m² de peso y se calienta a 160° C durante 30 segundos. Luego se separan el soporte de aluminio y el tejido. Este se deposita luego sobre otro soporte de aluminio que está recubierto con 10 g/m² de polimetil-hidro-siloxano (viscosidad a 25° C: 20 a 40 centistokes). Se ponen en contacto el soporte y el tejido durante 45 segundos entre dos placas de metal caldeadas a 195° C y después del calenta -

25.



miento se los separa. El tejido aprestado después de estos dos pasos de transferencia ha adquirido tacto suave y tiene muy buena repelencia al agua. La prueba de rociadura (Spraytest) muestra una absorción de agua de 10 %.

5.

EJEMPLO 7

Se elaboran 140 g de octoato de estaño de manera análoga a la descrita en el Ejemplo 6 y se aplican en la misma dosis a un soporte hecho de una hoja de aluminio. Sobre el soporte de aluminio así preparado se deposita un

10.

tejido de poliacrilonitrilo (150 g/m^2). Se calientan el soporte y el tejido durante 15 segundos entre dos placas caldeadas a 190° C y luego se separan. Se aplica el tejido a otro soporte de aluminio que está revestido con 10 g/m^2 de polimetil-hidrosiloxano (20 a 40 centistokes a 25° C),

15.

se calientan el soporte y el tejido durante 45 minutos entre dos placas caldeadas a 195° C y se separan. Después de este aprestamiento, el tejido de poliacrilonitrilo está hidrofobado y muestra en la prueba de la rociadura una absorción de agua de 40 %.

20.

EJEMPLO 8

Un tejido mixto de tereftalato de polietilenglicol y algodón (relación de mezcla: 1:1) y un tejido de tereftalato de polietilenglicol de 150 g/m^2 cada uno se depositan, por separado, sobre un soporte de papel que

25.

primeramente ha sido recubierto con 12 g/m^2 de una mezcla de 140 g de dilaurato de dibutil-estaño, 100 g de metilcelulosa, 500 g de alcohol etílico y 500 g de metil-etil-cetona. Luego se calientan ambos tejidos y el soporte de papel respectivo entre dos placas caldeadas a 195° C , du-



rante 30 segundos, y se separan después del calentamiento. Los tejidos previamente tratados se colocan, también por separado, sobre otros soportes de papel, cada uno provisto de 10 g/m² de polidimetil-metil-hidrosiloxano del peso molecular y el contenido de hidrosilano que se exponen en la Tabla 2 que sigue. Luego se calientan los soportes y los tejidos entre placas de metal caldeadas a 195° C, durante 45 segundos, y se vuelven a separar.

Los tejidos así tratados hidrófobadamente son resistentes al lavado a 40-50° C y presentan los índices porcentuales de absorción de agua, averiguados en la prueba de la rociadura, que figuran en la Tabla 2.

TABLA 2

Ejem plo n°	Peso molecular del aceite de silicona	Contenido de SiH en cc/g	% de absorción de agua en la prueba de la rociadura	
			poliester	poliester/ algodón
15.	1,350-1,400	314	1,6	2,4
	400	241	4	5,8
	900	297	3,2	7
20.	390	213	3,2	7,1
	930	280	2,4	4,8
	520	251	5,5	4,7
	330	159	2,5	28
	530	142	17	25
25.	4,700	140	29	50
	4,700	210	14	36
	4,600	287	4	18
	1,350	146	25	43
	1,400	225	3	15
	1,300	295	3	7



EJEMPLO 9

5. A un tejido de tereftalato de polietilenglicol (150 g/m²) se aplica de la manera descrita en el Ejemplo 8 dilaurato de dibutil-estaño. Después de esta aplicación de catalizador, se sobreponen cada vez cuatro estratos de tejido y se depositan sobre soportes de papel provistos cada uno de 10 g/m² de polidimetil-metil-hidrosiloxano del peso molecular y el contenido de hidrosilano que se exponen en la Tabla 3. Luego se calientan los soportes de papel y los cuatro tejidos sobrepuestos, durante 45 minutos, entre dos placas de metal caldeadas a 195^a C y a continuación se separan.

15. Los tejidos de poliéster así aprestados hidrófobamente muestran, según la posición del tejido sobre el soporte, los índices porcentuales de absorción de agua, averiguados en la prueba de la rociadura, que se exponen en la tabla 3.

TABLA 3

Ejem plo. n ^o	Peso molecular del aceite de silicona	Contenido de SiH en cc/g	Capa de tejido	Porcentaje de absorción de agua	
20.	1	1,350-1,400	314	1 ^a capa	1,6
				2 ^a "	2,5
				3 ^a "	1,7
				4 ^a "	2,5
25.	2	915-935	297	1 ^a capa	4,0
				2 ^a "	3,3
				3 ^a "	2,5
				4 ^a "	3,3



TABLA 3 (cont.)

Ejemplon ^o	Peso molecular del aceite de silicona	Contenido de SiH en cc/g	Capa de tejido	Porcentaje de absorción de agua
5. 3	927-940	280	1 ^a capa	3,2
			2 ^a "	2,5
			3 ^a "	1,6
			4 ^a "	3,2
10. 4	328-334	159	1 ^a capa	3,2
			2 ^a "	2,4
			3 ^a "	2,4
			4 ^a "	4,9

REIVINDICACIONES

15. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza n^o 12066/73 del 22 de agosto de 1973.

20. 1.- Procedimiento para el apresto de materiales de fibra orgánicos, caracterizado por tratarse según el método térmico seco con un aceite de silicona de una gama de viscosidad de 1 a 1000 centistokes a 25^o C un material de fibra orgánico previamente tratado con un catalizador del endurecimiento.

25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por aplicarse el aceite de silicona a un soporte auxiliar inerte, ponerse el soporte en contacto con el material de fibra, someterse el soporte y el material de fibra a una acción térmica de 80^o C a lo menos y

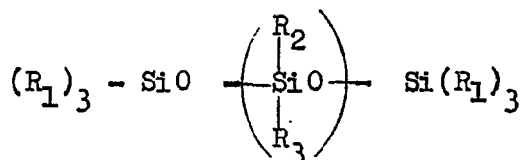


separarse del soporte el material de fibra.

3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por emplearse en calidad de soporte auxiliar hojas de aluminio o de papel.

5. 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por emplearse un aceite de silicona que presenta a 25° C una viscosidad de 1 a 300 centistokes.

10. 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por emplearse, en calidad de aceite de silicona, polisiloxanos lineales de la fórmula



15. en la que

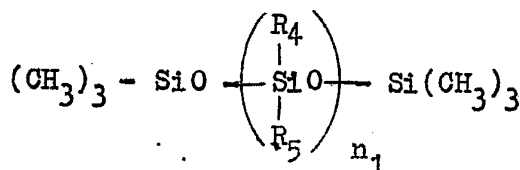
R_1 significa alquilo de 1 a 4 átomos de carbono;
 R_2 y R_3 , independientemente uno de otro, significan hidrógeno, alquilo (eventualmente substituído por halógeno o alquilo) de 4 átomos de carbono a lo sumo o fenilo, que puede estar substituído por halógeno, metilo o metoxilo;

20.

y

n significa 2 a 300.

25. 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por emplearse, en calidad de aceite de silicona, polisiloxanos de la fórmula





en la que

R_4 y R_5 , independientemente uno de otro, significan hidrógeno, metilo, fenilo o clorofenilo y

5. n_1 significa 25 a 200.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por emplearse, en calidad de aceite de silicona, el polidimetilsiloxano (40-200 centistokes a 25° C), el polimetilfenilsiloxano (200 centistokes a 25° C) o el polimetil-hidrosiloxano (20-40 centistokes a 25° C).

8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por emplearse el polidimetil-metil-hidro-siloxano, de 1 a 150 centistokes de viscosidad a 25° C, peso molecular medio de 300 a 5000 y contenido de hidrosilano de 150 a 370 cc/g.

9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado en que el aceite de silicona se apresta por medio de una preparación que, además de un aceite de silicona a lo menos, puede contener también a lo menos un adhesivo estable por debajo de los 250° C y un disolvente orgánico.

10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por emplearse una preparación que contiene entre 0,1 a 50% en peso de aceite de silicona, entre 0,5 y 30% en peso de un adhesivo estable por debajo de los 250° C y entre 20 y 99,4 % en peso de un disolvente orgánico.

11.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por someterse el soporte y

A handwritten signature in the bottom left corner, consisting of several stylized, overlapping loops.



el material de fibra a una acción térmica de 150 a 210° C en el aprestamiento del aceite de silicona.

5. 12.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado en que la acción térmica para el aprestamiento del aceite de silicona dura de 30 a 120 segundos.

10. 13.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por utilizarse material de fibra que se ha tratado primeramente con un catalizador del endurecimiento por el método térmico seco.

15. 14.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado por emplearse material de fibra que presenta una aplicación de catalizador de 0,03 a 1%, y preferentemente de 0,05 a 0,3%, respecto al peso del material de fibra.

20. 15.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado por utilizarse en calidad de catalizadores compuestos de aluminio, de titanio, de circonio, de zinc o de estaño o aductos epoxi-aminicos.

20. 16.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado por emplearse, en concepto de material de fibra, el algodón o fibras de poliésteres lineales o una mezcla de estos tipos de fibra.

25. 17.- Procedimiento para el apresto de materiales de fibra orgánicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 24 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

429415



Madrid, a 21 de Agosto 1974

p.a.

JAIME IGERN

P. P.

Firmado: ~~JOSE L. MENA~~ FELIPE PRIETO