

Int. Cl. C08G

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA SINTESIS DE PRODUCTOS DE REACCION A BASE DE EPOXIDOS, AMINAS GRASAS Y ACIDOS GRASOS", a favor de la firma suiza CIBA GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Objeto de este invento son preparaciones de productos de reacción a base de epóxidos, aminas grasas y ácidos grasos en disolventes orgánicos, caracterizadas por contener :

5. 1) Productos de reacción de
 - a) un epóxido que contiene por molécula dos grupos epoxídicos a lo menos,
 - b) una amina grasa con 12 a 24 átomos de carbono,
 - c) un ácido graso, di- y/o tri-merizado, que se deriva de ácidos grasos insaturados, monómeros, con 16
- 10.

- a 22 átomos de carbono,
eventualmente
5. d) un anhídrido de un ácido dicarboxílico aromático con 8 átomos de carbono a lo menos, de un ácido monocarboxílico alifático con 2 átomos de carbono a lo menos o de un ácido dicarboxílico alifático con 4 átomos de carbono a lo menos,
- e) un ácido dicarboxílico alifático, saturado, con 2 a 14 átomos de carbono y/o
10. f) un compuesto difuncional diferente de los componentes a), d) y e)

y

- 2) un precondensado aminoplástico provisto de grupos de éter alquílico,
15. en las que el precondensado aminoplástico se emplea en mezcla con 1), o como componentes de reacción para preparar 1), o como componentes de mezcla y de reacción.

Son además aptas soluciones caracterizadas por contener:

20. 1) Productos de reacción de
- a) un epóxido que contiene por molécula dos grupos epoxídicos a lo menos,
- b) una amina grasa con 12 a 24 átomos de carbono,
- c) un ácido graso, dimerizado y/o trimerizado, que se deriva de ácidos grasos insaturados, monómeros,
25. con 16 a 22 átomos de carbono,
eventualmente
- e) un ácido dicarboxílico alifático, saturado, con 4 átomos de carbono a lo menos y/o

f) un compuesto difuncional diferente de los componentes a) y e)

y

5. 2) un precondensado aminoplástico provisto de grupos de éter alquílico,

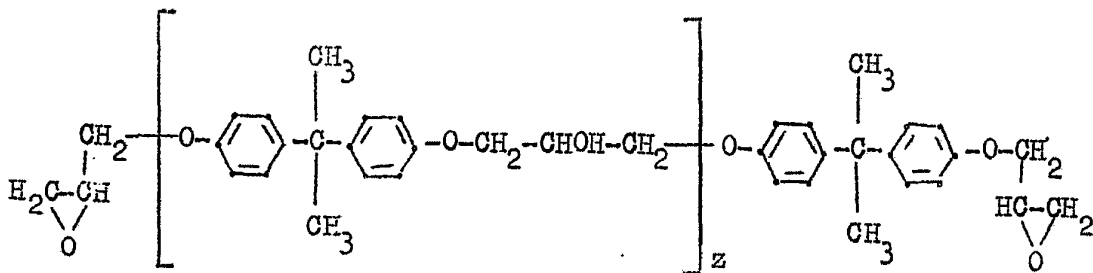
en las que el precondensado aminoplástico se emplea en mezcla con 1), o como componente de reacción para preparar 1), o como componente de mezcla y de reacción.

10. Son también muy aptas las preparaciones que contienen productos de reacción obtenidos con empleo de los componentes d) y e) en los que como componente e) se emplean ácidos dicarboxílicos alifáticos, saturados, de 2 y 3 átomos de carbono. El componente 2) puede emplearse como componente de reacción, como componente de mezcla o como ambos a la vez.

15. Objeto del invento es además un procedimiento para componer las preparaciones, así como el empleo de los productos de reacción contenidos en las preparaciones como adobos para el cuero, por ejemplo, o como plastificantes para los tejidos sin tejer. Las preparaciones pueden ser 20. soluciones en disolventes orgánicos, y eventualmente también emulsiones o dispersiones acuosas.

25. Los epóxidos del componente a) se derivan preferentemente de fenoles o polifenoles polivalentes, como la resorcina, o de productos de condensación de fenol-formaldehído del tipo de los resoles o las novolacas. Para la síntesis de los epóxidos se prefieren especialmente como compuestos de partida los bisfenoles, como el bis-(4-hidroxifenil)-metano y, sobre todo, el 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano.

Debe citar en especial los epóxidos del 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano que tienen un contenido de epóxido de 1 a 6, y respectivamente 1,8 a 5,8, equivalentes de grupos epoxídicos por kg, pero de preferencia a lo menos 5 equivalentes de grupos epoxídicos por kg, y que corresponden a la fórmula



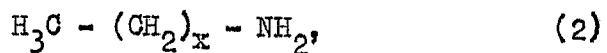
(I)

en la que

15. z significa un número medio por valor de 0 a 6, preferentemente de 0 a 2,2 y eventualmente también de 0 a 0,65.

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

20. Se han revelado como componentes b) de buena aptitud sobre todo las monoamidas grasas con 12 a 24 átomos de carbono. Normalmente se trata de aminas de la fórmula



en la que

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

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

productos industriales.

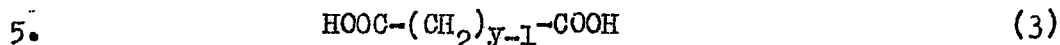
- El componente c) atañe a los ácidos grasos dimerizados y/o trimerizados que se derivan de ácidos grasos monómeros, insaturados, con 16 a 22 átomos de carbono. Son especialmente aptos como productos de partida aquellos de estos ácidos grasos que contienen a lo menos un enlace etilénicamente insaturado, pero preferentemente 2 a 5 de ellos, como, por ejemplo, el ácido hexadecénico, el ácido oleico, el ácido elaidico, el ácido hiragónico, el ácido ricínico, el ácido eleostearico, el ácido araquidónico, el ácido clupenodónico y en particular el ácido linólico y el linolénico. Estos ácidos grasos, y eventualmente también sus mezclas, pueden proceder de aceites y grasas naturales, en los que están contenidos sobre todo en forma de glicéridos.
- 5.
- 10.
- 15.

- En calidad de componente d) puede utilizarse preferentemente 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 alifático con 2 a 10 átomos de carbono. Han demostrado ser muy ventajosos en este aspecto los anhídridos de un ácido dicarboxílico aromático monocíclico con 8 a 10 átomos de carbono. Tiene particular interés el anhídrido ftálico, eventualmente sustituido con metilo.
- 20.
- 25.

Como componente d) entran pues en cuenta anhídridos como, por ejemplo, el anhídrido acético, el anhídrido maleico o el anhídrido ftálico.

En el caso del empleo conjunto del componente

e) para la síntesis de los productos de reacción, los ácidos dicarboxílicos son aquellos que tienen a lo menos de 2 a 14 átomos de carbono y que corresponden, por ejemplo, a la fórmula



en la que

y es un número entero por valor de 1 a 13, y preferentemente de 5 a 13.

10. Especialmente aptos son los ácidos dicarboxílicos de la fórmula (3) en que y es un número entero por valor de 5 a 9.

15. En calidad de componente e) entran pues en cuenta, por ejemplo, ácidos dicarboxílicos como el ácido oxálico, el ácido malónico, el ácido succínico, el ácido glutárico, el ácido adípico, el ácido pimélico, el ácido suberínico, el ácido acelaico o sebácico, el ácido nonan-, decan-, undecan- y dodecan-dicarboxílico. Los componentes d) y e) pueden eventualmente completarse mutuamente.

20. El componente difuncional f), igualmente facultativo, contiene preferentemente como grupos o átomos funcionales átomos de halógeno ligados a un radical alquílico, grupos de vinilo o de éster carboxílico o a lo sumo un grupo de epóxido, ácido carboxílico o hidroxilo junto con otro grupo funcional o con otro átomo de la clase indicada.

25. 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 vinilo o de éster carboxílico o a lo sumo un grupo de epóxido o de ácido carboxílico junto con otro

grupo funcional u otro átomo de la clase indicada.

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

5. la epiclorohidrina.

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

10. Los precondensados aminoplásticos que sirven de componente 2) son de conveniencia compuestos metilólicos, total o en particular parcialmente eterificados, de aminoplastógenos nitrogenados como la urea, la tiourea, los derivados de urea (por ejemplo, etilenurea o propilenurea) o la glicoxalmonoureína. El componente 2) puede hallarse en
15. las preparaciones de este invento como componente mixto conjunto o exclusivamente como componente mixto.

Sin embargo, de preferencia entran en cuenta metilolaminotriacinas eterificadas, como, por ejemplo, éteres alquílicos de melamina muy metilolada cuyos radicales
20. alquílicos contienen de 1 a 6, y preferentemente de 3 a 6, átomos de carbono. En calidad de radicales alquílicos entran en cuenta, entre otros, los radicales de metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo y aún n-hexilo. Además de tales radicales alquílicos, pueden existir en
25. la molécula todavía otros radicales, como los radicales poliglicólicos. Se prefieren por lo demás los éteres n-butílicos de una melamina muy metilolada que contengan de 2 a 3 grupos de n-butílicos en la molécula. Por melaminas muy metiloladas deben entenderse aquí las que presentan

por término medio a lo menos 5 grupos metilólicos, de conveniencia 5,5 aproximadamente. Se emplean con preferencia las metilolaminotriacinas eterificadas insolubles en agua.

- La síntesis de los productos de reacción puede efectuarse por métodos ya conocidos, haciendo reaccionar los componentes entre sí en diverso orden de sucesión. De conveniencia se hacen reaccionar primeramente entre sí los componentes a) y b) o a), b) y c). La reacción del componente c) con los componentes ya reaccionados a) y b) puede eventualmente efectuarse al mismo tiempo con los componentes d), e) y f) o el componente 2).

- De una parte es también posible hacer reaccionar primeramente entre sí los componentes a), b) y c) al mismo tiempo y a continuación hacerlos reaccionar eventualmente con los componentes d), e), f) y 2). En esta variante del procedimiento es conveniente hacer reaccionar entre sí los componentes a), b) y c) a temperaturas de 80 a 120° C, y preferentemente de 100° C, y normalmente se eligen para ello las proporciones cuantitativas de modo que para una equivalencia de grupos de epóxido de 1 entren de 0,1 a 0,7 equivalentes de grupos amínicos del componente b), de 0,2 a 1,5, y preferentemente de 0,4 a 1,5, equivalentes de ácido del componente c), de 0,1 a 0,8, y preferentemente de 0,1 a 0,6, equivalentes de ácido del componente d) y del e), de 0,1 a 0,7 moles del componente f) y de 10 a 80, y preferentemente de 30 a 60%, en peso del componente 2) respecto al peso total de los componentes a) a f) y 2). Si el componente 2) se emplea como componente de la mezcla, se le puede incluir igualmente en cantida-

des de un 10 a 80%, y preferentemente de 30 a 60%, en peso respecto al peso en total de los componentes a) a f) y 2). El empleo del componente 2) como componente de la mezcla sin empleo simultáneo como componente de la reacción para la

5. preparación de los productos de reacción, merece preferencia.

De otra parte, también pueden hacerse reaccionar primeramente entre sí los componentes a) y b) solos y a continuación hacerse reaccionar con el componente c) y eventualmente, en una tercera o cuarta etapa, con el componente d), e), f) o 2). La síntesis de los productos de reacción a base de a) y b) según esta segunda variante es igualmente conveniente efectuarla a temperaturas de 80 a 120°C, y preferentemente alrededor de 100°C. La reacción en la

10.

15.

segunda etapa con el componente c) es conveniente efectuarla a temperatura de 80 a 110°C, y preferentemente alrededor de 100°C.

La reacción con los componentes d), e), f) y 2) se efectúa normalmente a temperaturas de 60 a 100°C, y preferentemente alrededor de 100°C.

20.

Los productos de reacción que se obtienen sin empleo del componente 2) como componente de la reacción pueden presentar normalmente un índice de acidez de 5 a 100, y preferentemente de 20 a 60.

25.

A título de disolventes orgánicos en cuya presencia se sintetizan los productos de reacción entran en cuenta principalmente los disolventes orgánicos solubles en agua, y más convenientemente los que son miscibles con el agua en cualquier proporción. Como ejemplos merecen mención

el dioxano, el isopropanol, el etanol, el metanol, el éter n-butílico de etilenglicol (= n-butilglicol), el éter monobutílico de dietilenglicol y la dimetilformamida.

Pero de otra parte es también posible efectuar

5. la reacción en presencia de disolventes orgánicos insolubles en agua; por ejemplo, en hidrocarburos como la bencina, el benceno, el tolueno y el xileno, en hidrocarburos halogenados como el bromuro de metileno, el tetracloruro de carbono, el cloruro de etileno, el bromuro de etileno y el
10. s-tetracloroetano y especialmente también en tricloroetileno.

- Las preparaciones de este invento contienen productos de reacción que se sintetizan con empleo del componente 2) o bien contienen los productos de reacción en
15. mezcla con el componente 2). Debería emplearse a lo menos un precondensado aminoplástico, ya sea como componente de reacción 2) para la síntesis de los productos de reacción, ya sea como componente de la mezcla.

- Las preparaciones pueden contener, por ejemplo,
20. los productos de reacción o mezclas siguientes:

- Productos de reacción de :
- a), b), c), e), 2),
- a), b), c), d), 2),
- a), b), c), d), e), 2),
- a), b), c), 2),
25. a), b), c), e), f), 2),
- a), b), c), d), f), 2),
- a), b), c), f), 2),

o estos productos de reacción en mezcla con el componente 2), que entonces, eventualmente, no ha de incluirse como

componente de la reacción.

El contenido de materia seca en las preparaciones puede importar alrededor de 40 a 70% en peso.

- Las preparaciones de los productos de reacción
5. pueden emplearse para diversos fines, especialmente como adobos o aprestos para el cuero o como agentes plastificantes, adhesivos y de recubrimiento para materiales textiles; por ejemplo, para tejidos sin tejer, revestimientos textiles para el suelo (alfombras) y similares. La aplicación se efectúa normalmente a partir de un medio acuoso en el que los productos de reacción se hallan en forma emulsionada. Para ello se mezclan las preparaciones de los productos de reacción con agua y eventualmente con humectantes y dispersantes. Las emulsiones acuosas estables que así
 10. se obtienen pueden presentar un pH de 3 a 8 aproximadamente, y preferentemente de 4 a 6. El contenido de materia seca puede ser de un 10 a 40% en peso. Humectantes y dispersantes apropiados son, por ejemplo, los aductos de un óxido de alquileno (de preferencia, óxido de etileno) y aminas,
 15. alcoholes, ácidos grasos o amidas grasas de peso molecular alto, alifáticos o cicloalifáticos, que eventualmente pueden estar también esterificados con ácidos polibásicos u orgánicos en los grupos hidroxílicos, o aún cuaternizados cuando se trate de compuestos de nitrógeno. Además, estos
 20. compuestos pueden hacerse reaccionar todavía con otros componentes más, para lograr, por ejemplo, una acción reticulante.
 - 25.

Los baños de aplicación pueden contener, además de los productos de reacción emulsionados o las mezclas

emulsionadas de los productos de reacción y los precondensados aminoplásticos, otros aditivos más, como, por ejemplo, ácidos, sales o también agentes de apresto o de acabado. En concepto de ácidos cabe citar, por ejemplo, el ácido fosfórico, el sulfúrico y el clorhídrico o también el oxálico, el fórmico y el acético.

5.

La cantidad de producto de reacción o de la mezcla del producto de reacción y el precondensado aminoplástico (sin contar el disolvente ni el agua) respecto al substrato es de conveniencia de 1 a 10 g por m² para el adobo del cuero y de un 10 a 50% en peso (preferentemente, de 10 a 30% en peso) para el apresto y la solidificación de los tejidos sin tejer. La aplicación se efectúa como norma a 20-100° C y de preferencia a la temperatura del ambiente.

10.

15.

La aplicación se realiza por métodos conocidos; por ejemplo, mediante inmersión, rociadura, chorreo, cepillado, fulardeo, etc.

20.

El cuero para aprestar puede ser de cualquier origen, aunque se emplea de preferencia el llamado "cuero graneado", o sea cuero que se adoba por el lado del grano. El adobo del cuero puede realizarse convenientemente en dos etapas, aplicando las preparaciones de este invento junto, por ejemplo, con un colorante o pigmento apto para la tinción del cuero, secando y aplicando una preparación

25.

incolora, que, por ejemplo, puede impartir a la capa teñida brillo suplementario. Los cueros aprestados con estos adobos presentan muy buenas propiedades generales de solidez. En particular, tienen muy buena solidez a la luz, al frote en húmedo y en seco y asimismo al planchado caliente.

te y a la dobladura. También el tacto manifiesta una mejora clara. El cuero así aprestado puede por lo tanto calificarse de "cuero de cuidado ligero"; teniendo en cuenta la totalidad de las propiedades de solidez, es superior a un

5. cuero que haya sido aprestado con poliuretano o poliacrilatos. Complementando los efectos descritos, se obtiene aún un buen apresto antimicrobiano del cuero.

10. Para la fabricación de los materiales textiles (por ejemplo, vellones de fibra o nonwovens) que se tratan con las preparaciones de este invento entran en cuenta las fibras textiles usuales y asimismo las fibras de vidrio. Son muy apropiadas las telas de vellón hechas, por ejemplo, de algodón, de lana celulósica viscosa o de fibras sintéticas de poliamida, poliéster, poliacrilonitrilo o polipropileno.
15. Igualmente aptas son las mezclas de estos materiales de fibra.

20. Los vellones de fibra aprestados con las preparaciones de este invento muestran buena solidez, al mismo tiempo que muy buenas propiedades táctiles. Además de los efectos descritos, con las preparaciones de este invento se consigue al mismo tiempo un apresto antimicrobiano de los substratos. Este apresto es especialmente valioso cuando dichos materiales textiles se emplean como revestimientos para el suelo (por ejemplo, alfombras de vellón de aguja o esterillas para los pies), para rejillas de piso de
25. las piscinas y los bordes de éstas, como recubrimientos para las paredes o como materiales de filtro (por ejemplo, filtros de aire), ya que estos materiales están expuestos muy fácilmente a la contaminación microbiana, por bacterias

y hongos, por ejemplo.

La acción antimicrobiana se consigue respecto a los representantes de las bacterias gram-positivas y gram-negativas (como, por ejemplo, Staphylococcus aureus, Escherichia coli y Proteus vulgaris o respecto a los hongos (por ejemplo, Trichophyton mentagrophytes).

Los materiales textiles aprestados con las preparaciones de este invento manifiestan buena resistencia al lavado, al champuneado y a la limpieza en seco. Por tanto, la actividad antimicrobiana se conserva lo mismo que la buena solidez y las buenas propiedades táctiles.

En los ejemplos que siguen, las partes son partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso.

EJEMPLOS DE PREPARACION

15. EJEMPLO 1

Se agitan a 100° C de temperatura interna, durante una hora, 49 g de un epóxido formado a base de 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano y epiclorohidrina (0,25 equivalentes de epóxido), junto con 27 g de estearilamina (0,1 equivalente de amina) y 10 g de éter monobutílico de etilenglicol.

Se añaden luego 49,4 g (0,175 equivalentes de ácido) de una mezcla de un 95% de ácido dimerizado de C₃₆ y un 4% de ácido trimerizado de C₅₄ (a base de ácido linólico y linolénico), más 12,5 g de ácido sebácico (0,125 equivalentes de ácido), y se agita por 3 horas más a la temperatura interna de 100° C.

Se agregan todavía 11,6 g (0,125 moles) de epiclorohidrina y se agita por 2 horas más a 100° C de tempe-

ratura interna.

5. A continuación se instila en el curso de 30 minutos una solución al 80% de 149,5 g de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina en butanol, la cual se ha diluido previamente con 60 g de éter monobutílico de etilenglicol, y se agita por una hora a 100°C de temperatura interna.

Por dilución con 191,5 g de percloroetileno se obtiene una solución de resina al 50%, límpida.

El índice de acidez es de 22.

10. 560 g de esta solución de resina se tratan ahora con 67 g de una solución acuosa al 50% de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno que se ha tratado con 1% de 1,6-disisocianato de hexametileno, así como con 27 g de una solución acuosa al 50% de un aducto de 15. hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno, y con adición de 746 g de agua se emulsiona mediante un aparato emulsionador.

Se obtiene una emulsión finamente dispersa. El contenido de resina es de 20%, y el pH, de 4,3.

20.

EJEMPLO 2

Se agitan durante una hora a 100°C de temperatura interna 98 g (0,5 equivalentes de epóxido) de un epóxido según el Ejemplo 1, junto con 54 g (0,2 equivalentes de amina) de estearilamina y 20 g de éter monobutílico de 25. etilenglicol. Luego se añaden 113 g (0,4 equivalentes de ácido) de la mezcla de ácidos polymerizados del Ejemplo 1 y 18,25 g (0,25 equivalentes de ácido) de ácido adípico y se agita por tres horas a 100°C de temperatura interna. A continuación se agregan 23,2 g de epiclorohidrina (0,25

moles) y se agita por dos horas más a 100° C de temperatura interna.

Después de diluir con 286,45 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50%. El índice de acidez es de 48,5.

5. A 120 g de esta solución de resina se agregan 50 g de una solución al 80% de éter dibutílico y tributílico de hexametilmelamina en butanol, 24 g de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, retitulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno, 10. y 9,6 g de una solución al 50 % de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de añadir 296,4 g de agua se obtiene por medio de un aparato emulsificador una emulsión finamente dispersa. El contenido de resina es de 20 %, y el pH, de 4,5. 15.

EJEMPLO 3

Se agitan durante una hora a 100° C de temperatura interna 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido) junto con 67,5 g de estearilamina (0,25 equivalentes de amina) y 20 g de éter monobutílico de etilenglicol. Luego se añaden 113 g (0,4 equivalentes de ácido) de la mezcla de ácidos polimerizados referida en el Ejemplo 1 y se agita por 3 horas más a 100° C de temperatura interna. A continuación se agregan 23,2 g (0,25 moles) de epíclorohidrina y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. Después de diluir con 281,7 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %. El índice de acidez es de 29,5.

280 g de esta solución de resina se mezclan con

75 g de una solución al 80 % de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina en butanol. Se añaden a esto 48 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-disocianato de hexametileno, así como 19,2 g de una solución acuosa al 50% de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de agregar 577,8 g de agua se obtiene, por medio de un aparato emulsionador, una emulsión finamente dispersa.

10. El contenido de resina es de 20 % y el pH 6,6.

EJEMPLO 4

Se agitan durante una hora a 100° C de temperatura interna 98 g (0,5 equivalentes de epóxido) de un epóxido según el Ejemplo 1, junto con 54 g (0,2 equivalentes de amina) de estearilamina y 20 g de butilgliocol. Luego se añaden 98,8 g (0,35 equivalentes de ácido) de la mezcla de ácidos del Ejemplo 1 y 25 g (0,25 equivalentes de ácido) de ácido sebácico y se sigue agitando por tres horas a 100° C de temperatura interna. A continuación se agregan 23,2 g (0,25 moles) de epíclorohidrina y se agita por dos horas todavía a 100° C de temperatura interna.

Después de diluir con 279 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %. El índice de acidez es de 39,8.

25. A 280 g. de esta solución de resina se añaden 75 g de una solución al 80 % de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina en butanol, 48 g de una solución al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de

1,6-diisocianato de hexametileno, y 19,2 g de una solución al 50% de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de agregar 577,8 g de agua se obtiene, valiéndose de un aparato emulsionador, una emulsión finamente dispersa.

5.

El contenido de resina es de 20%, y el pH, de 4,3.

EJEMPLO 5

Se agitan durante una hora a 100° C de temperatura interna 98 g de un epóxido según el Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido) junto con 54 g de estearilamina (0,2 equivalentes de amina) y 20 g de butilglicol. Luego se añaden 113 g (0,4 equivalentes de ácido) de la mezcla de ácidos del Ejemplo 1, así como 18,25 g de ácido adípico (0,25 equivalentes de ácido) y se sigue agitando por tres horas a 100° C de temperatura interna. A continuación se agregan 23,2 g de epiclorohidrina (0,25 moles) y se agita por dos horas todavía a 100° C de temperatura interna. Después de diluir con 286,45 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50%. El índice de acidez es de 48,5.

10.

15.

20.

25.

A 280 g de esta solución de resina se añaden 75 g de una solución al 80 % de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina en butanol, 48 g de una solución al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno, y 19,2 g de una solución al 50 % de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de agregar 577,8 g de agua se

obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

El contenido de resina es de 20%, y el pH, de 4,5.

5.

EJEMPLO 6

- Se agitan durante una hora a 100° C de temperatura interna 98 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,5 g de equivalentes de epóxido) junto con 62 g de una mezcla de l-amino-eicosano y l-aminodocosano (0,2 equivalentes de amina) y 20 g de butilglicol. Luego se añaden 98,8 g de la mezcla de ácidos polimerizados referida en el Ejemplo 1 (0,35 equivalentes de ácido) y 14,75 g de ácido succínico (0,25 equivalentes de ácido) y se sigue agitando por tres horas a 100° C de temperatura interna. A continuación se agregan 23,2 g de epíclorohidrina (0,25 moles) y se agita por dos horas todavía a 100° C de temperatura interna. Después de diluir con 276,75 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %. Índice de acidez: 43. A 240 g de esta solución de resina se añaden 100 g de una solución al 80 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina (= 80 g de producto al 100 %), 48 g de una solución acuosa al 50 % de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulada con 1 % de 1,6-disocianato de hexametileno, y 19,2 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno.

Después de añadir 592,8 g de agua se obtiene con la ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa. Contenido de resina: 20 %, Índice de pH: 5,4.

EJEMPLO 7

Se agitan durante una hora a 100° C de temperatura interna 98 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido) junto con 54 g de estearilamina (0,2 equivalentes de amina) y 20 g de butilglicol. Luego se añaden 150 g de una mezcla de un 91 % de ácido de C₅₄, trimerizado, y 5 % de ácido de C₃₆, dimerizado, a base de ácido linólico y linolénico (0,5 equivalentes de ácido) y se agita por dos horas a 100° C de temperatura interna. A continuación se agregan 23,2 g de epíclorohidrina (0,25 moles) y se agita todavía por 30 minutos a 100° C de temperatura interna.

Mediante dilución con 305,2 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50%. El índice de acidez es de 46,3.

240 g de esta solución de resina al 50% se mezclan con 100 g de una solución al 80 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina (30 g de producto al 100 %), 48 g de una solución acuosa al 50% de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-disisocianato de hexametileno, y 19,2 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de añadir 592,8 g de agua se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa. Contenido de resina: 20 %. Índice de pH: 6,8

EJEMPLO 8

Se mezclan 120 g de la solución de resina al 50% del Ejemplo 4 con 50 g de una solución al 80 % en butanol

- de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina, 24 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno, y 9,6 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de añadir 296,4 g de agua se obtiene con la ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

Contenido de resina: 20%. Índice de pH: 5,3.

10.

EJEMPLO 9

- Se agitan durante una hora a 100° C de temperatura interna 98 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido) junto con 54 g de estearilamina (0,2 equivalentes de amina) y 20 g de butilglicol. Luego se añaden 98,8 g de la mezcla de ácidos polimerizados referida en el ejemplo 1 (0,35 equivalentes de ácido) y 13 g de ácido malónico (0,25 equivalentes de ácido) y se sigue agitando por dos horas a 100° C de temperatura interna. Luego se agregan 23,2 g de epíclorohidrina (0,25 moles) y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. Después de diluir con 267 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50%. Índice de acidez: 41,5.

- A 100 g de esta solución de resina se añaden 62,5 g de una solución al 80 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina, 24 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno, y 10 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietilamina y 70 moles

de óxido de etileno. Después de agregar 136,5 g de agua se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa. Contenido de resina: 30 %. Índice de pH: 4,7.

5.

EJEMPLO 10

Se agitan durante una hora a 100° C 98 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido) junto con 54 g de estearilamina (0,2 equivalentes de amina) y 20 g de butilglicol. Luego se añaden 98,8 g de la mezcla de ácidos polimerizados referida en el Ejemplo 1 (0,35 equivalentes de ácido) y 11,25 g de ácido oxálico (anhidro; 0,25 equivalentes de ácido) y se agita por dos horas a 100° C de temperatura interna. A continuación se agregan 23,2 g de epíclorohidrina (0,25 moles) y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. Después de diluir con 265,25 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %.

10.

15.

Índice de acidez: 71,2.

A 100 g de esta solución de resina se añaden 62,5 g de una solución al 80 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilmelamina, 24 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno, y 10 g de una solución acuosa al 50% de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de añadir 136,5 g de agua se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa. Contenido de resina: 30 %. Índice de pH: 3,7.

20.

25.

EJEMPLO 11

- Se agita durante una hora a 100° C de temperatura interna 98 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido) junto con 54 g de estearilamina (0,2 equivalentes de amina) y 20 g de butilglicol. Luego
5. se añaden 98,8 g de la mezcla de ácidos polimerizados referida en el Ejemplo 1 (0,35 equivalentes de ácido) y 12,25 g de anhídrido maleico (0,25 equivalentes de ácido) y se agita por dos horas a 100° C de temperatura interna. A continuación se agregan 23,2 g de epíclorohidrina (0,25 moles)
10. y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. Después de diluir con 266,25 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50%.

Índice de acidez: 45,2.

- A 100 g de esta solución de resina se agregan
15. 62,5 g de una solución al 80 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina, 24 g de una solución acuosa al 50% de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-disocianato de hexametileno, y 10 g de una solución acuosa al 50% de un aducto de hidroabietilamina y 70
20. moles de óxido de etileno. Después de añadir 136,5 g de agua se obtiene con la ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

Contenido de resina: 30%. Índice de pH: 5,8.

25.

EJEMPLO 12

Se agitan durante una hora a 100° C de temperatura interna 98 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,5 equivalentes de epóxido) junto con 54 g de estearilamina (0,2 equivalentes de amina) y 20 g de butilglicol.

Luego se añaden 98,8 g de la mezcla de ácidos polimerizados referida en el Ejemplo 1 (0,35 equivalentes de ácido) y 18,5 g de anhídrido ftálico (0,25 equivalentes de ácido) y se agita por dos horas a 100° C de temperatura interna.

5. A continuación se agregan 23,2 g de epíclorohidrina (0,25 moles) y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna.

Después de diluir con 272,5 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %.

10. Índice de acidez: 41,5.

A 100 g de esta solución de resina se agregan 62,5 g de una solución al 80 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilmelamina, 24 g de una solución acuosa al 50%, de un aducto de alcohol hidroabi-

15. tílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno, y 10 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de añadir 136,5 g de agua se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador

20. una emulsión finamente dispersa.

Contenido de resina: 30 %. Índice de pH: 6,2.

EJEMPLO 13

Se agitan durante 4 horas a 100° C de temperatura interna 92,4 g de un epóxido como el del Ejemplo 1

25. (0,2 equivalentes de epóxido) junto con 27 g de estearilamina (0,1 equivalente de amina) y 27,8 g de una mezcla de un 91 % de ácido de C₅₄, trimerizado, y 5 % de ácido de C₃₆, dimerizado (derivados del ácido linólico y el linolénico) (0,1 equivalente de ácido) y 50 g de butil-

glicol. Se añaden luego 5,3 g de acrilonitrilo (0,1 mol) y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. Mediante dilución con 102,5 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %. El índice de acidez es de 32. Viscosidad: 21,800 centipoises a 20° C.

120 g de esta solución de resina se mezclan con 50 g de una solución al 75% en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilmelamina y 34 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno. Después de añadir 122 g de agua se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

15. Contenido de resina: 30 %. Índice de pH: 6,1.

EJEMPLO 14

Se agitan durante una hora a 100° C de temperatura interna 197 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,2 equivalentes de epóxido) junto con 27 g de estearilamina (0,1 equivalente de amina) y 100 g de butilglicol. Se añade luego en el curso de 20 minutos una solución de 27,8 g de una mezcla de un 91 % de ácido de C₅₄, trimerizado, y 5 % de ácido de C₃₆, dimerizado (derivados del ácido linólico y el linolénico) (0,1 equivalente de ácido) y 10 g de butilglicol. A continuación se agita durante dos horas y media a 100° C de temperatura interna, se agregan 5,3 g de acrilonitrilo (0,1 mol) y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. Mediante dilución con 147 g de percloroetileno se obtiene una

solución límpida de resina al 50 %. El índice de acidez es de 24.

5. 120 g de esta solución de resina se mezclan con 50 g de una solución al 75 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina (37,5 g de producto al 100%), 24 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno, y 10 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de añadir 122 g de agua se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

10.

Contenido de resina: 30 %. Índice de pH: 6,8.

EJEMPLO 15

15. Se agitan a 100° C de temperatura interna durante 4 horas 92,4 g de un epóxido como el del Ejemplo 1, (0,2 equivalentes de epóxido) junto con 18,5 g de dodecilamina (0,1 equivalente de amina) 27,8 g de una mezcla de un 91 % de ácido de C₅₄, trimerizado, y 5 % de ácido de C₃₆, dimerizado (derivados del ácido linólico y el linoléico; 0,1 equivalente de ácido) y 40 g de butilglicol. Se añaden luego 5,3 g de acrilonitrilo (0,1 mol) y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. Después de diluir con 104 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %.

20.

25.

Índice de acidez: 24.

Viscosidad: 29,000 centipoises a 20° C.

120 g de esta solución de resina se mezclan con 50 g de una solución al 75 % en butanol de éter dibu-

- tílico y tributílico de hexametilolmelamina y 34 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabiético y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno. Después de añadir 122 g de agua se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

Contenido de resina: 30 %. Índice de pH: 6,2.

EJEMPLO 16

- Se agitan durante 4 horas a 100° C de temperatura interna 92,4 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,2 equivalentes de epóxido) junto con 27 g de estearilamina (0,1 equivalente de amina) 22,2 g de una mezola de un 91 % de ácido de C₅₄, trimerizado, y 5 % de ácido de C₃₆, dimerizado (derivados del ácido linólico y del linoléico) (0,08 equivalentes de ácido) 2,3 g de ácido dodecancarboxílico (0,02 equivalentes de ácido) y 50 g de butilglicol. Se añaden luego 5,3 g de acrilonitrilo (0,1 mol) y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. Mediante dilución con 99,2 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %.

Índice de acidez: 23

Viscosidad: 15.000 centipoises a 20° C.

- 120 g de esta solución de resina se mezclan con 50 g de una solución al 75 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina y 34 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabiético y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno. Después de añadir 122 g de agua se obtiene por medio de un aparato emulsionador

una emulsión finamente dispersa.

Contenido de resina: 30 %.

Índice de pH: 6,0.

EJEMPLO 17

5. Se agitan durante 6 horas a 100° C de temperatura interna 92,4 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,2 equivalentes de epóxido) junto con 27 g de estearilamina (0,1 equivalente de amina), 13,9 g de una mezcla de un 91% de ácido de C₅₄, trimerizado, y 5 % de ácido de C₃₆, dimerizado (derivados del ácido linólico y del linolénico; 0,05 equivalentes de ácido), 5,05 g de ácido sebáico (0,05 equivalentes de ácido) y 50 g de butilglicol. Después de diluir con 88,35 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida al 50 %.

15. Índice de acidez: 42.

- 120 g de esta solución de resina se mezcla con 50 g de una solución al 75 % en butanol de éter dibutílico y tributílico de hexametilmelamina, 24 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-disocianato de hexametileno, y 10 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de hidroabietilamina y 70 moles de óxido de etileno. Después de añadir 122 g de agua se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

Contenido de resina: 30 %.

Índice de pH: 5,6.

EJEMPLO 18

Se agitan durante 4 horas a 100° C de temperatu-

- ra interna 46,2 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,1 equivalente de epóxido) junto con 10,8 g de estearilamina (0,04 equivalentes de amina), 5,56 g de una mezcla de un 91% de ácido de C₅₄, trimerizado, y 5 % de ácido de C₃₆, dimerizado (derivados del ácido linólico y del linolénico; 0,02 equivalentes de ácido), 8,08 g de ácido sebáico (0,08 equivalentes de ácido) y 20 g de butilglicol. Se añaden luego 2,8 g de epíclorohidrina (0,03 moles) y se agita por una hora más a 100° C de temperatura interna. A continuación se agregan en el curso de 30 minutos 133 g de una solución al 75 % de éter dibutílico y tributílico de hexametilamina en butanol, la cual se ha diluido con 30 g de butilglicol, y se agita por otros 30 minutos a 100° C de temperatura interna. Mediante dilución con 89,44 g de percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %.

15. Índice de acidez: 15.

- 200 g de esta solución de resina se mezclan con 34 g de una solución acuosa al 50 % de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-disocianato de hexametileno. Después de añadir 166 g de agua, se obtiene con ayuda de un aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

Contenido de resina: 25 %; pH : 5,4.

EJEMPLO 19

25. Se agitan durante 4 horas a 100° C de temperatura interna 46,2 g de un epóxido como el del Ejemplo 1 (0,1 equivalente de epóxido) junto con 13,5 g de estearilamina (0,05 equivalentes de amina) 11,12 g de una mezcla de un 91% de ácido de C₅₄, trimerizado, y 5 % de ácido de C₃₆, dimerizado (derivados del ácido linólico y del linolénico;

- 0,04 equivalentes de ácido), 8,08 g de ácido sebáico (0,08 equivalentes de ácido) y 20 g de butilglicol. Se añaden luego 2,8 g de epíclorohidrina (0,03 moles) y se agita por una hora todavía a 100° C de temperatura interna. A
5. continuación se agregan en el curso de 30 minutos 148 g de una solución al 75 % de éter dibutílico y tributílico de hexametilolmelamina en butanol, la cual se ha diluido con 35 g de butilglicol, y se agita por 30 minutos más a 100° C de temperatura interna. Mediante dilución con 100,7 g de
10. percloroetileno se obtiene una solución límpida de resina al 50 %.

Índice de acidez: 17.

- 200 g de esta solución de resina se mezclan con 34 g de una solución acuosa al 50% de un aducto de alcohol hidroabietílico y 200 moles de óxido de etileno, reticulado con 1 % de 1,6-diisocianato de hexametileno. Después de añadir 166 g de agua, se obtiene con ayuda de un
15. aparato emulsionador una emulsión finamente dispersa.

Contenido de resina: 25 %; pH: 3,5.

20.

EJEMPLOS DE APLICACION

EJEMPLO 20

Se impregna un vellón de aguja constituido por poliamida con el baño siguiente :

- 750 g de la preparación del ejemplo 1 (al 20 %)
25. 250 g de agua
- 1000 g de baño.

La impregnación se realiza en un fular ajustado con presión de rodillos, con el que se logra una retención de líquido del 100 % aproximadamente. El género pasa a la

velocidad de unos 2 metros por minuto. El secado se efectúa a 140° C en 15 a 20 minutos.

Esta alfombra de vellón de aguja muestra buena resistencia al frote.

5. De manera análoga se fulardean a la temperatura del ambiente alfombras de vellón de aguja hecho de polipropileno, empleando la preparación del Ejemplo 1, y a continuación se las seca durante 15 minutos a 120° C.

10. Las muestras de alfombra así aprestadas se ensayan con la prueba de difusión en agar (método de prueba 90-1970 de la AATCC, modificado) y con la prueba de desinfección (método de prueba 100-1970 de la AATCC, modificado) contra los organismos experimentales siguientes:

Bacterias: Staphylococcus aureus SG 511

15. Escherichia coli NCTC 8196

Proteus vulgaris NCIB 4175

Hongos : Trichophyton mentagrophytes ATCC 9533

I. Prueba de difusión en agar (Prueba de inhibición)

20. De las muestras de alfombra aprestadas se recortan por estampación unas probetas (redondeles de 2 cm de diámetro). En una cápsula de Petri se cuecen 5 cc de agar bacteriano BBL de la AATCC, y una vez solidificada la capa de agar, se depositan las probetas con su cara superior contra esta capa de agar. Luego se las recubre con 10 cc
25. del mismo medio nutritivo, pero que está inoculado con gérmenes de ensayo.

Para la siembra se ajustan unos cultivos del día anterior de los gérmenes de ensayo en Brain-Heart-Infusión Broth Difco por dilución con caldo estéril, de tal

modo que después de añadir el inóculo al agar la densidad de gérmenes sea de $5 \cdot 10^5$ - $1 \cdot 10^6$ bacterias por cc de agar. Las placas listas se incuban a 37°C durante 24 horas y a continuación se recuentan las zonas de inhibición.

5. Con el germen de ensayo Trichophyton metagrophytes AATCC 9533 se procede igual. Las discrepancias respecto al método descrito son las siguientes:

10. Para la preparación del inóculo se arrastra con 10 cc de caldo micófilo BBL un cultivo inclinado de 7 días a lo menos sobre Mycosel-Agar BBL, se le filtra por una guata de vidrio estéril y se le añade al agar. La densidad de la siembra se ajusta aproximadamente a $5 \cdot 10^4$ - $1 \cdot 10^5$ esporas por cc de agar. El terreno nutritivo empleado en la cápsula de Petri para el Trichophyton fué Mycosel-Agar BBL.
15. Estas placas se incuban durante 7 días a 28°C .

2. Prueba de desinfección.

20. De los tejidos en examen se troquelan probetas (redondeles de 2 cm de diámetro) que se esterilizan con óxido de etileno. Las probetas esterilizadas se inoculan luego con los gérmenes de ensayo. Esta inoculación se efectúa por medio de 10 gotas de una suspensión para cada probeta. La suspensión para el inóculo se prepara de la misma manera que se ha descrito en la prueba de difusión en agar y se ajusta mediante dilución de modo que en el efecto final existan en las probetas las densidades siguientes de gérmenes :

Bacterias : 10^6 - 10^7 gérmenes por probeta.

Trichophyton: alrededor de $5 \cdot 10^5$ esporas por probeta.

Las probetas inoculadas se depositan en una cána-

- ra húmeda y se incuban durante 24 horas a 37° C (para el Trichophyton, a 28° C). Después de la incubación en la cámara húmeda, se sacuden las probetas en 20 cc de tampón fosfato (pH 7,4) con adición de 1 % de Tween 80. Tras el sacudimiento se mezcla cada vez 1 cc de la solución con 9 cc de agar AG Difco o respectivamente Mycosel-Agar Difco (para el Trichophyton) y se cuele la mezcla en placas. Al agar se añade nuevamente 1 % de Tween 80 como agente bloqueador. Se incuban estas placas durante 24 horas a 37° C (para el Trichophyton, durante 7 días a 28° C) y a continuación se determina el número de gérmenes, se compara con controles pertinentes y se excluyen por reinoculación eventuales repercusiones microstáticas en las placas (a causa de bloqueo insuficiente).
5. Con las pruebas que se han descrito se comprueba si los gérmenes de ensayo utilizados son inhibidos en el desarrollo (efecto microbiostático) o si son exterminados (efecto microbiciida).
10. Las alfombras de vellón aprestadas muestran buenos efectos antimicrobianos:
20. Vellón de poliamida :
Depósito de substancia: 15, 16 y 17 % en peso.
Temperatura de secado : 140° C.
Resultado: buena acción contra el Trichophyton (fungicida y fungistática) y contra las bacterias (bactericida y bacteriostática).
25. Vellón de polipropileno:
Depósito de substancia: 17 % en peso.
Temperatura de secado: 120° C.

Resultado: buena acción contra el Trichophyton (fungicida y fungistática) y contra las bacterias (bactericida y bacteriostática).

También con las preparaciones según los Ejemplos 2 a 19 se obtienen efectos antimicrobianos análogos en los materiales de fibra aprestados.

EJEMPLO 21

Aglutinante para nonwovens

10. a) Se fulardea a la temperatura del ambiente con una emulsión al 10 % como la del Ejemplo 4 vellón de lana celulósica (longitud de espátula, 70 mm; 3,5 deniers) y a continuación se le seca durante 10 minutos a temperatura de 120 a 140° C. El depósito de producto de reacción respecto al peso del substrato es aproximadamente del 11 % en peso. El vellón solidificado muestra muy buen tacto, sin ningún endurecimiento. Aún después del lavado (15 minutos de lavado a 80° C en 400 cc de baño que contiene 0,8 g de un detergente corriente en el comercio) o de la limpieza (15 minutos en tricloroetileno) se conservan estas propiedades.

20. Propiedades mecánicas:

Longitud de desgarro (a 120° C) 0,59 km

(a 140° C) 0,76 km

Alargamiento (a 120° C) 30 %

25. (a 140° C) 23 %.

b) Se fulardea a la temperatura del ambiente con emulsiones acuosas como las de los Ejemplos 15, 16, 18 y 19 vellón de lana celulósica como el de a) y a continuación se le seca durante 5 minutos a 140° C. He aquí las propie-

dades de los vellones de lana celulósica así aprestados :

	Depósito	Longitud de desgarro	Alargamiento	Resistencia al agua *	Solidez a la limpieza
5. Ejem. 15	21 %	0,9 km	14 %	buena	buena
" 16	17 %	0,8 km	15 %	"	"
" 18	17 %	0,9 km	13 %	"	"
" 19	17 %	0,8 km	15 %	"	"

10. * - Lavado y limpieza como en a).

c) Se fulardea a la temperatura del ambiente con una emulsión al 10 % como la del Ejemplo 5 vellón de poliéster (longitud de espátula, 65 mm; 4,0 deniers) y a continuación se le seca durante 10 minutos a temperatura de 120 a 140° C. El depósito de producto de reacción respecto al peso del sustrato es aproximadamente de 15% en peso. El vellón solidificado manifiesta muy buen tacto, sin ningún endurecimiento. Estas propiedades se conservan aún después del lavado o la limpieza.

15.

Propiedades mecánicas :

20.

Longitud de desgarro (a 120° C) 0,41 km
 (a 140° C) 0,45 km
 Alargamiento (a 120° C) 41 %
 (a 140° C) 45 %.

25.

Los vellones o alfombras aprestados según a) hasta e) manifiestan buenas propiedades antimicrobianas (pruebas como se ha descrito en el Ejemplo 20).

d) Se fulardea a la temperatura del ambiente con emulsiones acuosas como las de los Ejemplos 15, 16, 18 y 19 vellón

de poliéster como el de c) y a continuación se la seca durante 5 minutos a 140°C. He aquí las propiedades de los vellones de poliéster así aprestados:

	Depósito	Longitud de desgarró	Alarga miento	Resistencia al agua *	Solidez a la limpieza	
5.	Ejem. 15	24 %	2,2 km	58 %	buena	buena
	" 16	18 %	1,5 km	57 %	"	"
	" 18	24 %	1,9 km	55 %	"	"
10.	" 19	18 %	1,5 km	59 %	"	"

* - Lavado y limpieza como se ha descrito en a).

e) Aglutinante para alfombras de vellón de aguja.

Se fulardean a la temperatura del ambiente con emulsiones acuosas al 15 % como las de los Ejemplos 15, 16 y 18 alfombras de vellón de aguja hecho de material de fibra de poliamida (polihexametilenadipinamida) y a continuación se las seca durante 15 minutos a 140 C. El depósito de producto de reacción respecto al peso del substrato es de 13,8, 13,5 y 14,1 % .

20. El material así aprestado se ensaya para averiguar su resistencia al frote procediendo de la manera siguiente:

- a) después del apresto;
- b) después de 5 champuneados (espuma acuosa de detergente; relación de líquido, 1:10);
- c) después de tratamiento con disolvente (10 minutos en tricloroetileno).

- Las muestras se frotan 400 veces en dos direc -

ciones con un tapón de poliuretano (diámetro, 15 mm, para una carga de 400 g). Todas las muestras son calificables de resistentes al frote.

EJEMPLO 22

5. a) Apresto cubriente sobre cuero de vaqueta

Se mezclan 200 partes de una dispersión de óxido de hierro (40 % de contenido de pigmento) con 450 partes de la emulsión del Ejemplo 1 y a continuación se diluye con agua hasta 1000 partes. La solución de apresto pigmentada se rocía cuatro veces en cruz sobre cuero de vaqueta, se se ca éste y luego se le rocía dos veces en cruz con una solución de apresto incolora hecha de

450 partes de la emulsión del Ejemplo 1,

10 partes de ácido fosfórico y

15. 490 partes de agua,

a temperatura de 25 a 30° C. A continuación se seca el cuero durante dos horas a 60° C y se le plancha a 80° C y con presión de 100 bares.

20. b) Se rocía por ambos lados cuero de vaqueta con la solución de apresto incolora de a) y luego se le seca.

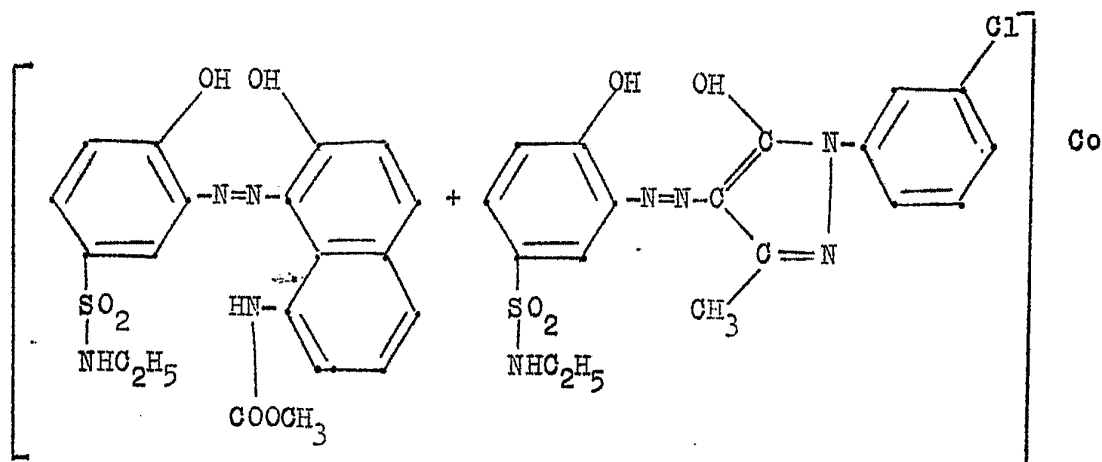
25. El cuero así aprestado tiene tanto en la cara superior (apresto a) como en ambas caras (apresto b) buena acción antimicrobiana (pruebas como se ha descrito en el Ejemplo 20). Además, está aprestado con solidez a la luz y al frote. Tiene buena resistencia a la dobladura y es planchable en los cantos hasta 250° C.

Con las emulsiones de los Ejemplos 6 a 13 se consiguen resultados análogos.

EJEMPLO 23

Acabado de anilina sobre cuero de vaqueta.

Se disuelven 10 partes del colorante de la fórmula



15. en 300 partes de agua, se añaden 400 partes de la emulsión del Ejemplo 1 y 5 partes de ácido fosfórico y se diluye con agua hasta 1000 partes.

Esta solución de apresto coloreada se rocía tres veces en cruz sobre cuero de vaqueta. A continuación se seca éste a la temperatura del ambiente o a 40° C y luego se le rocía en cruz una o dos veces con una solución de apresto incolora constituida por :

400 partes de la emulsión del Ejemplo 1,
10 partes de ácido fosfórico y
590 partes de agua.

25. A continuación se seca el cuero durante una a dos horas a 60° C y se le plancha a 80° C/100 bares.

El cuero así tratado está aprestado con resistencia a la luz y al frote. Muestra buena resistencia a la dobladora y solidez al planchado hasta 200° C y tiene apresto antimicrobiano (pruebas como se ha descrito en

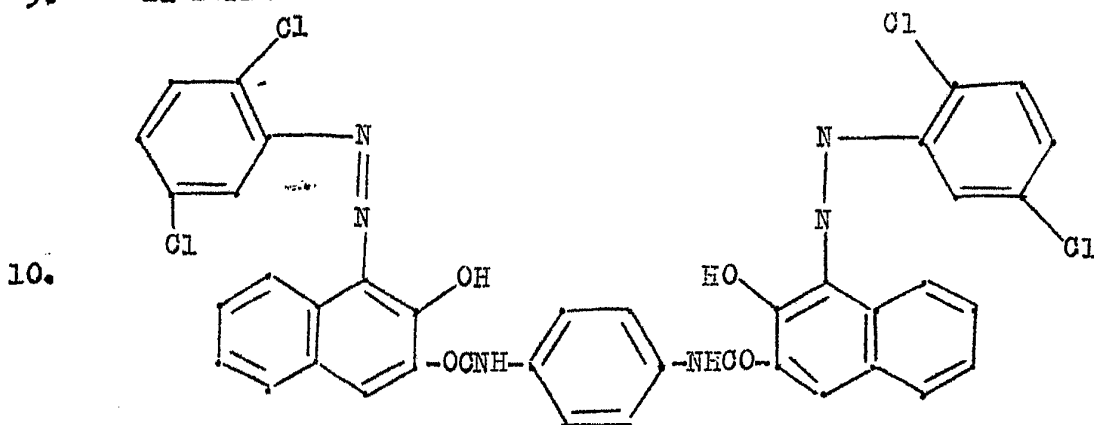
el Ejemplo 20).

EJEMPLO 24

Adresto de anilina sobre cuero de napa

Se mezclan 30 partes de un pigmento disperso de

5. la fórmula



15. con 400 partes de la emulsión del Ejemplo 1 y 10 partes de ácido fosfórico y se diluye con agua hasta 1000 partes.

El cuero de napa teñido se rocía con esta solución dos veces en cruz, se seca y luego se rocía con una solución abrillantadora incolora hecha de

20. 400 partes de la emulsión del Ejemplo 1,
10 partes de ácido fosfórico y
590 partes de agua.

25. A continuación se seca el cuero, se le guarda durante una hora a 60° C y luego se le plancha a 80° C. El cuero así tratado manifiesta buenas propiedades generales de solidez, tiene excelente tacto y está aprestado antimicrobianamente (pruebas como se ha descrito en el Ejemplo 20).

Con resultado igualmente bueno pueden emplearse también las emulsiones de los Ejemplos 13 a 19.

REIVINDICACIONES

5. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de las solicitudes de patentes suizas núms. 14256/73 del 5 de octubre de 1973 y 17405/73 del 12 de diciembre de 1973.

10. 1.- Procedimiento para la síntesis de productos de reacción a base de epóxidos, aminas grasas y ácidos grasos, caracterizado por hacerse reaccionar en un disolvente orgánico a temperaturas de 80 a 120° C:

15. 1) a) un epóxido que contiene por molécula dos grupos epoxídicos a lo menos,
b) una amina grasa con 12 a 24 átomos de carbono;
c) un ácido graso, dimerizado y/o trimerizado, que se deriva de ácidos grasos insaturados, monómeros, con 16 a 22 átomos de carbono,

eventualmente

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

- e) un ácido dicarboxílico alifático, saturado, con 2 a 4 átomos de carbono y/o

25. f) un compuesto difuncional diferente de los componentes a), d) y e)

y eventualmente

- 2) un precondensado aminoplástico provisto de grupos de éter alquílico,

y mezclarse eventualmente con el componente 2) el producto de la reacción.

- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar en un disolvente orgánico a temperaturas de 80 a 120° C;
5. 1) a) un epóxido que contiene por molécula dos grupos epoxídicos a lo menos,
b) una amina grasa con 12 a 24 átomos de carbono,
c) un ácido graso, dimerizado y/o trimerizado, que se deriva de ácidos grasos insaturados, monómeros, con 16 a 22 átomos de carbono,
eventualmente
10. e) un ácido dicarboxílico alifático, saturado, con 4 átomos de carbono a lo menos y/o
15. f) un compuesto difuncional diferente de los componentes a) y e)
y eventualmente
2) un precondensado aminoplástico provisto de grupos de éter alquílico,
20. y mezclarse eventualmente con el componente 2) el producto de la reacción.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar los componentes a), b), c), d), e), f) y 2).

25. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar los componentes a), b), c) y 2).

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar los componentes a),

b), c), e) y f) y mezclarse con el componente 2).

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente a) un epóxido que se deriva de un bisfenol.

5. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por emplearse en calidad de componente a) un éter poliglicídico del 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano.

10. 8.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado en que el componente a) presenta un contenido de epóxido de 1 a 6 equivalentes de grupos epoxídicos por kg.

15. 9.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por emplearse en calidad de componente a) un producto de la reacción de epiclorohidrina con 2,2-bis-(4'-hidroxifenil)-propano.

10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente b) una monoamina grasa con 16 a 22 átomos de carbono.

20. 11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse como productos de partida para el componente c) ácidos grasos insaturados con un enlace, a lo menos, insaturado etilénicamente y de preferencia con 2 a 5 enlaces insaturados etilénicamente.

25. 12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente d) un anhídrido de un ácido dicarboxílico aromático con 8 a 12 átomos de carbono, monocíclico o bicíclico, o de un ácido dicarboxílico alifático con 4 a 10 átomos de carbono.

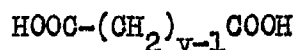
13.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente d) un anhídrido de un ácido monocarboxílico con 2 a 10 átomos de carbono.

5. 14.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por emplearse en calidad de componente d) un anhídrido de un ácido dicarboxílico aromático monocíclico con 8 a 10 átomos de carbono.

10. 15.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado por emplearse en calidad de componente d) un anhídrido ftálico, eventualmente sustituido con metilo.

16.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente e) un ácido alquilendicarboxílico con 2 a 14 átomos de carbono.

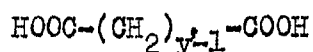
15. 17.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente e) un ácido dicarboxílico de la fórmula



en la que

20. y es un número entero por valor de 1 a 13.

18.- Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado por emplearse en calidad de componente e) un ácido dicarboxílico de la fórmula



25. en la que

y' es un número entero por valor de 3 a 13.

19.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado en que en la fórmula del componente e) y' significa un número entero por valor de 5 a 9.

20.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente f) un compuesto orgánico difuncional que contiene como grupos o átomos funcionales átomos de halógeno ligados a un radical alquílico, grupos de vinilo o de éster carboxílico o a lo sumo un grupo de epóxido, de ácido carboxílico o de hidroxilo junto con otro grupo funcional o junto con otro átomo de la clase indicada.

10. 21.- Procedimiento según la reivindicación 20, caracterizado por emplearse en calidad de componente f) un compuesto orgánico difuncional que contiene como grupos o átomos funcionales átomos de cloro o de bromo ligados a un radical alquílico, grupo de vinilo o de éster carboxílico o a lo sumo un grupo de epóxido o de ácido carboxílico junto con otro grupo funcional o junto con otro átomo de la clase indicada.

15. 22.- Procedimiento según la reivindicación 21, caracterizado por emplearse en calidad de componente f) una epihalogenhidrina.

20. 23.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de componente 2) un éter alquílico de una metilolaminotriacina.

25. 24.- Procedimiento según la reivindicación 23, caracterizado por emplearse en calidad de componente 2) un éter alquílico de una melamina muy metilolada cuyos radicales alquílicos contiene de 1 a 6, y preferentemente de 3 a 6 átomos de carbono.

25.- Procedimiento según la reivindicación 24, caracterizado por emplearse en calidad de componente 2)

éteres n-butílico de una melamina muy metilolada que contienen en la molécula de 2 a 3 radicales de n-butilo.

5. 26.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por hacerse reaccionar: 1) 1 equivalente de epóxido del componente a), 0,1 a 0,7 equivalentes de amina del componente b), 0,2 a 1,5 equivalentes de ácido del componente c), eventualmente 0,1 a 0,8 equivalentes de ácido de los componentes c) y e) y/o 0,1 a 0,7 moles del componente f) y eventualmente 10 a 80 % en peso del componente 2), respecto al peso total de los componentes a) a f) y 2), empleándose el componente 2) en mezcla con 1) o bien como componente de la reacción para sintetizar 1) o bien como componente de mezcla y de reacción.
- 10.

15. 27.- Procedimiento según la reivindicación 26, caracterizado por emplearse de 0,4 a 1,5 equivalentes de ácido del componente c) y eventualmente de 0,1 a 0,6 equivalentes de ácido de los componentes d) y e).

20. 28.- Procedimiento según la reivindicación 26, caracterizado por mezclarse 1) y 2) en la relación ponderal de (70 a 40) : (30 a 60).

29.- Procedimiento para la síntesis de productos de reacción a base de epóxidos, aminas grasas y ácidos grasos.

25. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 45 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 4 Octubre 1974

P.a.

JAMES BERN

P.

Firmado: JOSE L. MORA

MLA.