

432270 

CASE 77/204

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

por "PROCEDIMIENTO PARA EL APRESTO HIDROFUGO DE MATERIALES DE FIBRA DE TODA CLASE", a favor de la firma alemana CHEMISCHE FABRIK PFERSEE GmbH, residente en 8900 Augsburg Färberstrasse 4 (Alemania)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- Conocido es el empleo para la hidrofobación de materiales de fibra de toda clase, de organopolisiloxanos (sobre todo los que contienen átomos de hidrógeno ligados a silicio) emulsionados de diversa manera. En
5. calidad de emulgentes se emplean para ellos lo mismo sustancias no ionógenas (como aductos de óxido de etileno de alquilfenoles, ácidos grasos, alcoholes grasos, amidas de ácido graso y aminas grasas o alcoholes polivinílicos) que productos catiónicos, como compuestos amónicos cuaternarios (por ejemplo, cloruro de octadeciloximetilpiridinio o cloruro de cetilbencildimetilamonio); véase la patente



- alemana 1.060.347, la Auslegeschrift alemana 2.032.381 y la Offenlegungsschrift alemana 1.917.701. Conocido es al mismo tiempo el recurso a productos de condensación de epóxidos para emulsionar organopolisiloxanos (véase la
5. patente alemana 1.444.551 y la Offenlegungsschrift alemana 1.965.068). Una propiedad particular de los materiales de fibra tratados con siliconas es que, además de muy buenas propiedades hidrófobas, presenta un suave "tacto de silicona" específico.
10. El apresto de los materiales de fibra se realiza por lo general con baños acuosos que contienen alrededor de 40 a 70 g/litro de las emulsiones de polisiloxano al 35 % aproximadamente y en ocasiones (según los emulgentes empleados) catalizadores del endurecimiento apropiados;
15. el material de fibra retiene así alrededor del 50 al 75 % del baño de apresto.
- Se conoce además el mejoramiento de las propiedades tecnológicas de los tejidos (como, por ejemplo, la resistencia al desgarrar, el tacto y el brillo) con emulsiones acuosas de polietilenos oxidados (véase, por
20. ejemplo, la Auslegeschrift alemana 1.619.065). El tratamiento con estos polietilenos oxidados no confiere sin embargo a los materiales tratados ninguna propiedad hidrófuga, sino que hay que contar, por el contrario, más
25. bien con un empeoramiento de la hidrofobia.
- Por último, se conocen por la Auslegeschrift alemana 1.170.364 agentes hidrofobantes que contienen ortotitanatos, polímeros mixtos de metilpolisiloxanos, alquilhidropolisiloxanos y una cera. Estos agentes se



rocion en forma de soluciones en disolventes orgánicos. sobre el material textil que se trata. Por "cera" deben entenderse, entre otras, las ceras artificiales de hidrocarburos, pero en particular la parafina. La transferencia a sistemas acuosos no es posible a causa de la hidrólisis que se produce.

Ahora se ha descubierto sorprendentemente que para la hidrofobación de material de fibra con emulsiones acuosas de silicna pueden emplearse baños con cantidades mucho menores de organopolisiloxanos si se aplican éstos junto con cera de polietileno oxidada y emulsionada, sin que por ello se menoscaben los efectos hidrofobantes ni el tacto típico de silicna.

El procedimiento de este invento para el apresto hidrófugo de materiales de fibra de toda clase con emulsiones acuosas de organopolisiloxanos que contienen átomos de hidrógeno ligados a silicio se caracteriza en que en los baños de apresto, preparados de manera conocida, se reemplaza hasta el 70 % del polisiloxano emulsionado (calculado como materia sólida) por un polietileno oxidado, emulsionado del modo usual con emulgentes no iónicos y/o cationactivos, incluyéndose solamente alrededor de 30 a 65 % en peso del polietileno oxidado respecto a la materia sólida del organopolisiloxano reemplazado.

Además de la posibilidad de mantener separadas la emulsión del organopolisiloxano y la emulsión del polietileno y no mezclarlas hasta el momento del uso, en cuyo caso se reemplaza preferentemente de 10 a 70 % en peso del



- organopolisiloxano por polietileno, es también posible mezclar en la proporción correspondiente las emulsiones de siloxano y la emulsión de polietileno ya después de la preparación y, con ventaja, homogeneizarlas todavía brevemente juntas. Es pues posible también poner a disposición de antemano agentes para realizar el procedimiento de este invento. Estos contienen emulsiones acuosas de organopolisiloxanos, emulsionados de la manera ordinaria con emulgentes no ionógenos y/o cationactivos, que contienen átomos de hidrógeno ligados a silicio, y emulsiones acuosas de polietileno oxidado, emulsionado de la manera ordinaria con emulgentes no ionógenos y/o cationactivos, incluyéndose por 100 partes de organopolisiloxanos (calculado como materia sólida) de 3 a 152 partes, y en particular de 7,5 a 100 partes, de polietileno oxidado (igualmente calculado como materia sólida).

Estos agentes ofrecen ventajas considerables en el almacenamiento, la expedición y el uso.

- Los homopolímeros o copolímeros etilénicos oxidados que se emplean, a base de etileno y otras alfa-olefinas, tienen una densidad de 0,91 a 1,05 g/cm³ aproximadamente, y en particular de 0,93 a 0,99 g/cm³. El índice de acidez de estos polímeros polialquilénicos oxidados se halla entre 7 y 115, y particularmente entre 10 y 60. En calidad de polímeros alquilénicos se emplean en especial homopolímeros de etileno. Pero también pueden emplearse polímeros que además del etileno contengan otras alfa-olefinas, como propileno, buteno-(1), penteno-(1), 3-metilbuteno-(1) o similares, intrapolimerizadas. Por



polietileno deben entenderse pues también tales copolimerizados.

- El polietileno se emulsiona de la manera ya conocida. En general se procede disolviendo el emulgente en
5. agua y calentando a temperatura de 50 a 70° C la solución obtenida. En esta solución se deslíe con ayuda de un agitador rápido una solución, preparada a temperatura de unos 80 a 100° C, de cera de polietileno en un disolvente orgánico insoluble en agua (como tolueno, bencina con
10. intervalo de ebullición de 80 a 180° C aproximadamente, tricloroetileno, tetracloroetileno o halobenceno). La preemulsión obtenida se homogeneiza a continuación a temperatura de unos 50 a 70° C con un aparato emulsionador de alta presión empleando unas 200 a 300 atmósferas
15. absolutas. Según el caso es también posible enfriar hasta la temperatura del ambiente la preemulsión ya antes de la homogeneización a alta presión.

- Para componer las emulsiones de polietileno es posible también, sobre todo cuando se emplean como
20. emulgente aminas grasas etoxiladas, fundir junto con el emulgente el polietileno oxidado y formar la emulsión definitiva por simple dilución con agua caliente. No hay entonces necesidad de homogeneización a presión alta.

- Las emulsiones de polietileno obtenidas contienen alrededor de 10 a 20 % de polietileno oxidado. El
25. emulgente se incluye normalmente en proporción de 10 a 40 % respecto al polietileno oxidado.

Los organopolisiloxanos empleados según el procedimiento de este invento contienen hidrógeno ligado



- a silicio. Como organopolisiloxanos de esta índole cabe citar los alquilhidropolisiloxanos, y en particular los metil- y etil-hidropolisiloxanos. Los alquilhidropolisiloxanos pueden eventualmente estar mezclados también
5. con organopolisiloxanos que carezcan de hidrógeno ligado a silicio (como, en particular, el dimetil- o dietil-polisiloxano), en cuyo caso la proporción de estos organopolisiloxanos puede ser perfectamente preponderante. Como se comprende, también es posible emplear en vez de estas
10. mezclas cohidrolizados apropiados de silanos; es decir, para la preparación de los organopolisiloxanos hidrolizar conjuntamente silanos que contienen átomos de hidrógeno ligados a silicio y silanos que carecen de átomos de hidrógeno ligados a silicio y emulsionar los cohi-
15. drolizados así obtenidos. Las ventajas del invento se ponen especialmente de relieve cuando la proporción molar de los alquilhidropolisiloxanos es predominante o respectivamente se emulsionan desde buen principio alquilhidropolisiloxanos puros.
20. El emulsionamiento de los organopolisiloxanos se realiza de manera conocida. Normalmente se procede a desleir por agitación en una solución acuosa del emulgente una solución del polisiloxano en un disolvente insoluble en agua (como tal se emplean los disolventes indicados
25. antes). La preemulsión resultante es eventualmente diluída, ajustada al pH deseado y homogeneizada a presión alta.

Se obtienen de este modo emulsiones de organopolisiloxano al 20 a 40 % aproximadamente. La cantidad



de emulgente asciende por término medio a 8 - 35 % respecto al organopolisiloxano emulsionado. La preparación de las emulsiones de organopolisiloxano se conoce ya. Cabe remitir, por ejemplo, a las patentes alemanas 1.060.347 y 1.444.551, lo mismo que la Offenlegungsschrift alemana 1.965.068 y la Auslegeschrift alemana 2.032.381.

En calidad de emulgentes para el emulsionamiento del polietileno oxidado y del organohidropolisiloxano son aptos los emulgentes no ionógenos, y en particular los cationactivos. Estos emulgentes son ya de sí conocidos. Se utilizan con preferencia substancias no ionógenas, como aductos de óxido de etileno a alquifenoles, ácidos grasos, alcoholes grasos, amidas de ácido graso y aminas grasas (véase la Auslegeschrift alemana 2.032.381), en el caso de las dos últimas, con la posibilidad de transformarlas también en sales por reacción con ácidos (por ejemplo, con ácidos orgánicos inferiores y ácidos minerales), lo mismo que, con especial preferencia, aminas grasas etoxiladas y sus sales; y también se emplean productos catiónicos, como los compuestos amónicos cuaternarios, por ejemplo cloruro de octadeciloximetilpiridinio o cloruro de cetilbencildimetilamonio (véase la patente francesa 1.570.231 o respectivamente la Offenlegungsschrift alemana 1.917.701). Por otra parte, como emulgentes para los polietilenos oxidados y los organohidropolisiloxanos se recurre asimismo a otros productos de condensación catiónicos, por ejemplo a productos de condensación de epóxido. Esta modalidad es conocida, por ejemplo, por las patentes alemanas 1.444.551 y 1.444.552 y por la Offenlegungsschrift alemana 1.965.068).



Las emulsiones de organopolisiloxanos y de polietileno así preparadas se utilizan de acuerdo con este invento para la hidrofobación de materiales de fibra de toda clase, y, como ya se ha dicho, pueden mezclarse al ir a usarlas o ya durante la preparación de los agentes.

5. Mientras según el estado de la técnica se emplean para la hidrofobación de 40 a 70 g/litro de las emulsiones de polisiloxano al 30 a 35% aproximadamente, para una retención de baño de 50 a 75 % en el material de fibra, por el procedimiento de este invento bastan para el apresto de material

10. de fibra baños que contienen alrededor de 15 a 35 g/litro de una emulsión del polisiloxano al 30 a 35 % y suplementariamente alrededor de 20 a 50 g/litro de una emulsión corriente de polietileno al 10 a 20 %. Cuando se parte

15. de los agentes, se los diluye antes del uso hasta que los baños contengan otra vez cantidades respectivas de siloxanos y de polietileno.

Además de las dos substancias citadas, el baño de tratamiento contiene (en caso de que todavía sea

20. necesario) un catalizador conocido para el endurecimiento del organopolisiloxano. Como catalizadores de tal índole se emplean los compuestos ya conocidos. Cabe citar los compuestos de Sn-alquilo, como, por ejemplo, el dilaurato de dialquil-estaño, o las sales básicas de circonio y los

25. productos de condensación conocidos por la patente alemana 1.444.551 y la Auslegeschrift alemana 1.936.886. Como es lógico, pueden incluirse también otros endurecedores (véase, por ejemplo, la patente alemana 1.642.977). El catalizador se emplea más convenientemente en cantidad



de 5 a 15 % respecto al organopolisiloxano, Puede añadirse directamente al baño o bien estar incorporado de antemano en la emulsión de polietileno.

El apresto hidrófugo se realiza de manera conocida. Para ello se empapa el tejido, por ejemplo, con el baño preparado tal como se ha expuesto antes, se le exprime hasta 50 a 75 % de retención de líquido, se le seca durante 10 minutos a unos 100 a 120° C y por último se condensa durante algunos minutos a temperatura de unos 140 a 170° C.

Por el procedimiento de este invento pueden aprestarse hidrófugamente materiales de fibra de toda clase. En concepto de materiales de fibra cabe citar especialmente los géneros textiles, de los que a su vez son particularmente apropiados los que se componen, al menos en parte, de fibras de celulosa. En calidad de fibras mixtas entran en cuenta lo mismo las fibras sintéticas, como las de poliéster, de poliamida o de poliacrilonitrilo, que la lana. Pero como es lógico el procedimiento de este invento puede aplicarse también a los materiales de fibras puramente sintéticas.

El apresto hidrofobante puede combinarse al mismo tiempo con otros procedimientos de apresto conocidos para mejorar las propiedades de los materiales de fibra. Entra en cuenta especialmente una combinación con agentes contra el arrugamiento, resinas de relleno y agentes ignífugos, lo mismo que con los catalizadores pertinentes.

El procedimiento de este invento constituye un progreso técnico descollante e inesperado. Con este pro-



- cedimiento es posible, por ejemplo, sin merma de los efectos hidrofobantes, ahorrar una parte considerable de los organopolisiloxanos, más precisamente hasta el 70 %, preferentemente de 10 a 70 % y en particular de 20 a 60 %. El polietileno oxidado que se emplea en lugar de los organopolisiloxanos no se incluye ni siquiera en igual cantidad, sino, referido a la materia sólida, solamente en un 30 a 65 % en peso. Resulta sorprendentemente que a pesar de suplirse organopolisiloxano por polietileno no aparezca prácticamente ninguna disminución de los efectos hidrofobantes, no obstante que cuando se emplea solo el polietileno oxidado hay que cargar con un empeoramiento parcial del apresto hidrofobante. El procedimiento de este invento muestra pues sorprendentemente una vía sencilla para conseguir un apresto hidrofobante muy bueno con una reducción considerable del gasto de organopolisiloxano. Si se considera que el polietileno solo no manifiesta ninguna acción hidrofobante y que se le emplea aquí en cantidad menor que la del polisiloxano que reemplaza, cabe atribuir al procedimiento de este invento un asombroso efecto sinérgico. Singularmente, este sinergismo no se produce cuando se emplea la parafina en lugar del polietileno.

25. Ejemplo 1

Emulsión A: Se prepara una emulsión de hidropolisiloxano según el Ejemplo 1 de la patente alemana 1.444.551.

Emulsión B: Para emulsionar 100 g de cera de polietileno (índice de acidez: 25; densidad a 20° C: 0,95 g/cm³) se los disuelve en 200 g de



5. trichloroetileno y se deslién en la solución, agitando y a 60^o C, 450 g de una solución del producto preparado según el Ejemplo 1, párrafo 2^o, de la patente alemana 1.444.552. Luego se enfría y se añaden 20 g de dilaurato de dibutil-estaño (en concepto de catalizador para el organopolisiloxano). A continuación se homogeneiza a 250 atmósferas absolutas en un homogeneizador de alta presión, durante 45 minutos, y por último se agregan todavía 230 g de agua.

10. De la misma manera puede emulsionarse también un polietileno oxidado que tiene un índice de acidez de 14 y una densidad de 0,925 g/cm³.

15. Emulsión C: Para comparar, se prepara una emulsión como la B, pero que en lugar del polietileno oxidado contiene 15 % de parafina (de punto de fusión 52 a 54^o C).

20. Para el apresto de un popelín de algodón (peso por m², alrededor de 170 g) se preparan los baños siguientes:

Baño A 1: 25 g/litro de la Emulsión A y 25 g/litro de la Emulsión B.

25. Baño A 2: 25 g/litro de la Emulsión A, 25 g/litro de la Emulsión B, 30 g/litro de resina artificial (mezcla al 70 % de hexametilmelamina eterificada con CH₃OH y dimetilolurea eterificada con CH₃OH, en la relación ponderal de 3:1) y



- 5 g/litro de solución de nitrato de zinc al 50 %.
5. Baño B 1: 50 g/litro de la Emulsión A y 2 g/litro de emulsión de dilaurato de dibutil-estaño (véase el Ejemplo 3).
- Baño B 2: 50 g/litro de la Emulsión A, 2 g/litro de emulsión de dilaurato de dibutil-estaño (véase el Ejemplo 3), 30 g/litro de resina artificial (véase más arriba) y 5 g/litro de solución de nitrato de zinc al 50 %.
10. Baño C 1: 25 g/litro de la Emulsión A y 25 g/litro de la Emulsión C.
- Baño C 2: 25 g/litro de la Emulsión A, 25 g/litro de la Emulsión C, 30 g/litro de resina artificial (véase más arriba) y 5 g/litro de solución de nitrato de zinc al 50 %.
- 15.

Se empapan los tejidos con estos baños, se los exprime hasta el 68 % de retención de líquido, se los seca durante 10 minutos a 100° C y se condensa durante 5 minutos a 140° C. Los efectos hidrofobantes, juzgados según la norma DIN 53.888, están indicados en la tabla que sigue.

20.

| Baño | Retención de agua, % | Efecto de perleo | Organopolisiloxano reemplazado |
|-------------------------------|----------------------|------------------|--------------------------------|
| A1 | 10 | 4 | 50 % |
| según el invento | | 4 | |
| A2 | 8 | 4 | 50 % |
| | | 4 | |
| B1 | 11 | 4 | |
| según el estado de la técnica | | 4 | |



| Baño | Retención de agua, % | Efecto de perleo | Organopolisiloxano reemplazado |
|--------------------|----------------------|------------------|--------------------------------|
| B2 | 7 | 4 4 4 | — |
| 5. C1 | 23 | 3 2 2 | 50 % |
| ensayo comparativo | | | |
| C2 | 21 | 2 2 1 | 50 % |

10. Como la tabla demuestra, procediendo de acuerdo con el invento se obtienen sorprendentemente los mismos efectos que empleando solamente una cantidad mucho mayor de emulsión de organopolisiloxano. En contra de lo que ocurre al reemplazar el polisiloxano por parafina, con el

15. procedimiento de este invento se logran efectos hidrófugos mucho mejores.

Ejemplo 2

20. Emulsión A: Se prepara una emulsión de organopolisiloxano según el Ejemplo 1 A de la Auslegeschrift alemana 2.032.381.

25. Emulsión B: La preparación de esta Emulsión B se realiza como en el Ejemplo 1, pero en 1000 g de la emulsión están contenidos 120 g de polietileno (índice de acidez: 45; densidad a 20° C: 0,98 g/cm³) disueltos en 250 g de tetracloroetileno y 350 g de la solución del producto preparado según el Ejemplo 4 de la Auslegeschrift alemana 1.936.886.


Para el apresto del popelín de algodón mencio-

26 NOV 1974

nado en el Ejemplo 1 se preparan los baños aprestantes siguientes:

5. Baño A: 20 g/litro de la Emulsión A, 30 g/litro de la Emulsión B y 8 g/litro de un jabón básico de circonio (por átomo-gramo de circonio, 1 mol de ácido láurico y 1 mol de un ácido graso sintético con 10 átomos de C por término medio, en proporción de 10 % de ácido secundario y 90 % de ácido terciario, y con índice de saponificación de 300) como catalizador.
10. Baño A 1: Como el Baño A, con el suplemento de 30 g/litro de resina artificial (composición como la del Ejemplo 1) y 5 g/litro de solución de nitrato de zinc al 50 %.
15. Baño B: 30 g/litro de la Emulsión A, 20 g/litro de la Emulsión B y 8 g/litro del jabón básico de circonio, como catalizador.
- Baño B 1: Como el Baño B, con el suplemento de 30 g/litro de resina artificial (composición como la del Ejemplo 1) y 5 g/litro de solución de nitrato de zinc al 50 %.
- 20.

25. Se trató el tejido de la manera que se ha descrito en el Ejemplo 1 y se determinó la hidrofugación de los aprestos resultantes ajustándose a la norma DIN 53.888. Los resultados están reseñados en la tabla que sigue.





| Baño | Retención de agua, % | Efecto de perleo |
|--------|----------------------|------------------|
| A | 18 | 4 3 2 |
| 5. A 1 | 8 | 4 4 4 |
| B | 13 | 4 4 3 |
| B 1 | 8 | 5 5 5 |
| 10. | | |

Ejemplo 3

- Emulsión A: Se prepara una emulsión de orgenopolisiloxano según el Ejemplo 1 de la Offenlegungsschrift alemana 1.965.068.
15. Emulsión B: Se prepara una emulsión de cera de polietileno de la manera siguiente:
- Se funden a 110° C 200 g de un polietileno oxidado (índice de acidez: 65; densidad: 1,0 g/cm³) y se añaden 40 g de una
20. estearilamina etoxilada (8 grupos etoxílicos) que previamente ha sido tratada con 1 cc de ácido acético glacial. A continuación se deslíen en la masa, por agitación, 240 g de agua a 95° C y por último se diluye
25. con agitación moderada mediante 520 g de agua a unos 80° C y se enfría. Esta emulsión se mezcla a fondo con 1000 g de la solución de producto preparado según el Ejemplo 2, párrafo segundo, de la Offenlegungsschrift



5. alemana 1.965.068 y 200 g de una emulsión catiónica de dilaurato de dibutil-estaño al 20 % (2 % de cloruro de octadeciloximetilpiridinio como emulgente; 16 % de tetracloroetileno como disolvente; y el resto, agua).

De la misma manera puede emulsionarse un polietileno con índice de acidez de 88 y densidad 1,01 g/cm³.

10. Con estas emulsiones se preparó, para el apresto de un tejido de poliéster (peso por m²: alrededor de 260 g) y de un tejido de algodón (peso por m²: alrededor de 160 g), el baño siguiente:

35 g/litro de la Emulsión A,
20 g/litro de la Emulsión B y

15. 2 g/litro de ácido acético al 60 %.

Los resultados después de un aprestamiento como es costumbre están expuestos en la tabla que sigue.

| | Tejido | Retención de agua, % | Efecto de perleo |
|-----|-----------|----------------------|------------------|
| 20. | Poliéster | 4 | 4 |
| | | | 4 |
| | | | 4 |
| | Algodón | 13 | 4 |
| | | | 4 |
| | | | 4 |

25. Se llega a efectos igualmente buenos si se emplea un baño a base de 35 g/litro de la Emulsión A y solamente 16 g/litro de la Emulsión B.

Ejemplo 4

Emulsión A: Se prepara una emulsión de hidropolisiloxano



según el Ejemplo 1 de la Offenlegungsschrift alemana 1.917.701.

Emulsión B: Se prepara una emulsión de cera de polietileno según el Ejemplo 1 de la patente francesa 1.570.231.

5.

Con estas emulsiones se prepara el baño de apresto siguiente:

20 g/litro de la Emulsión A,
40 g/litro de la Emulsión B y

10. 2 g/litro de una emulsión catiónica usual de maleato de dibutil-estaño al 20 %.

Con el baño obtenido se empapan un tejido de poliamida (peso por m²: alrededor de 75 g), un tejido de poliéster y algodón 35/65 (peso por m²: 133 g) y un tejido de poliamida y algodón 20/80 (peso por m²: 112 g). Luego se los exprime hasta una retención de líquido de 65 a 75 %, se secan a 110° C y se condensan durante 4 minutos a 150° C. Los tejidos resultantes muestran buena repulsión del agua y buen efecto de perleo. Las muestras aprestadas presentan un tacto suave y liso.

20.

Ejemplo 5

Emulsión A: Se tratan con 95 g de agua y 17,5 cc de ácido clorhídrico al 35 % 445 g de la solución de producto preparada según el Ejemplo 1, párrafo segundo, de la patente alemana 1.444.551. En esta solución se introduce por turbinación una solución de 280 g de metilhidropolisiloxano (viscosidad a 20° C: 30 centistokes) y

25.



5. 120 g de dimetilpolisiloxano (viscosidad a 20° C: 750 centistokes) en 40 g de tetraclo-roetileno. Se obtiene una preemulsión, que se homogeneiza en un homogeneizador de alta presión a 250 atmósferas absolutas durante 45 minutos.

10. Emulsión B: En 500 g de la solución de producto citada antes se introduce por turbinación una solución de 200 g de polietileno oxidado (índice de acidez: 30; densidad a 20° C: 0,93 g/cm³) en 300 g de tetracloroetileno. Se obtiene una preemulsión, que se homogeneiza durante unos 40 minutos a unas 220 atmósferas absolutas.

15. Emulsión C: Se juntan las Emulsiones A y B y se las homogeneiza conjuntamente durante unos 30 minutos más a 250 atmósferas absolutas.

20. Para el apresto de un tejido de algodón (peso por m²: 170 g) se prepara un baño que contiene 40 g/litro de la Emulsión C obtenida y 2 g/litro de la emulsión de dilaurato de dibutil-estaño al 20 % que se ha mencionado. Se empapa el tejido con dicho baño, se le exprime hasta 70% aproximadamente de retención de líquido, se le seca brevemente a 100° C y se condensa durante 4 minutos a 155° C.

25. El tejido así tratado muestra muy buen efecto hidrófobo, buen efecto de perleo y un tacto suave agradable.

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivin-

dicaciones con prioridad de la solicitud de patente alemana nº P 23 59 966.8 del 1 de Diciembre de 1973.

5. 1.- Procedimiento para el apresto hidrófugo de materiales de fibra de toda clase, especialmente realizado con organopolisiloxanos emulsionados de la manera ordinaria que contienen átomos de hidrógeno ligados a silicio, caracterizado en que en los baños de aprestamiento, preparados de manera conocida, se reemplaza hasta el 70 % del polisiloxano emulsionado (calculado como materia sólida) por un
10. polietileno oxidado, emulsionado del modo usual con emulgentes no ionógenos y/o cationactivos, incluyéndose solamente alrededor de 30 a 65 % en peso del polietileno oxidado respecto a la materia sólida de organopolisiloxano reemplazada.
15. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por reemplazarse del 20 al 60 % del polisiloxano emulsionado.
20. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que el polietileno oxidado presenta un índice de acidez de 7 a 115.
- 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que el polietileno oxidado presenta una densidad a 20° C de 0,91 a 1,05 g/cm³.
25. 5.- Procedimiento para el apresto hidrófugo de materiales de fibra de toda clase.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 19 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 26 NOV. 1974

p.a.  

fm.