

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial

19 ES

11

NUMERO

477.222/9

10 AI

21

FECHA DE PRESENTACION

26-1-79

22

Concedido el Registro de acuerdo con las bases que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.



AH

ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
8053/78	27-1-78	Japón
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C08F // D06C	
54 TITULO DE LA INVENCION		
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN POLIMERO VINILICO UTIL EN LA OBTENCION DE UN AGENTE DE APRESTO DE TEJIDOS.		
71 SOLICITANTE (ES)		
KAO SOAP CO., LTD.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
1, 1-chome, Nihonbashi-Kayabacho, Chuo-ku. Tokyo - JAPON		
72 INVENTOR (ES)		
Kinjiro Matsunaga; Shin-ichi Masuda; Yunosuke Nakagawa y Naotake Takaishi, todos de nacionalidad japonesa.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

POOR
QUALITY

1

RESUMEN DE LA INVENCION

Se obtiene una composición de emulsión de apresto de tejidos mediante la polimerización en emulsión de un monómero vinílico, en presencia de un polímero catiónico y un polímero no iónico soluble en agua, siendo el contenido de nitrógeno catiónico del polímero vinílico resultante de 0,004 a 0,2 % en peso, calculado sobre el polímero vinílico. El agente de apresto obtenido se utiliza diluyéndolo con agua en grado relativamente alto.

5

10

COMPENDIO DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a un agente de apresto de tejidos. Más especialmente, la invención se refiere a un agente de apresto doméstico que puede comunicar una rigidez adecuada a la ropa, cuando ésta se expone continua o discontinuamente a una fuerza de agitación en una solución de dicho agente de apresto, a una alta relación de baño.

15

20

El almidón se ha utilizado hasta ahora como agente de apresto doméstico y se han realizado diversas mejoras para hacer su uso mucho más sencillo. Se ha puesto a punto un agente de apresto líquido, estable, que puede ser fácilmente diluido y puede utilizarse con gran sencillez y comodidad. Por ejemplo, se utiliza una composición formada por adición de un agente despumante, un agente antimoho, un agente blanqueante fluorescente, un perfume, etc, a una solución acuosa al 10-15 % de carboximetilcelulosa, almidón, alcohol polivinílico o similares. Cuando este agente de apresto se utiliza en la práctica, se carga agua en una vasija, se dispersa o disuelve el agente de apresto en agua, se sumerge la ropa en la dispersión o solución y se deja en reposo para efectuar el almidonado. Normalmente, la cantidad de agua empleada es

25

30

1 alrededor de una a tres veces el peso de la ropa. Cuando aumen
tá la cantidad de agua, se desperdicia agente de apresto y
el aumento de la cantidad de agua es desventajoso desde el
punto de vista económico.

5 El grado requerido de apresto o almidonado difiere con
el tipo de ropa. Por ejemplo, para sábanas y fundas de edre-
dones se requiere una rigidez neta. Por otra parte, en el ca-
so de las camisas y blusas, el cuello y los puños deben apres-
tarse rígidamente pero el cuerpo debe aprestarse suavemente.

10 En la actualidad, se utilizan mucho las camisas y blusas de
mezclas de poliéster/algodón del tipo de lavar y usar y las
partes del cuello y puños de estas prendas se aprestan median-
te rociada con un agente de apresto en aerosol después del
lavado. Por consiguiente, el post-tratamiento de las telas
15 lavadas es muy engorroso. Por lo tanto, ha interesado en es-
te campo la puesta a punto de un agente de apresto capaz de
proporcionar un efecto de apresto apropiado durante el lava-
do, pero no se ha puesto a punto todavía ningún agente de
apresto satisfactorio.

20 Un objeto fundamental de esta invención es proporcionar
un agente de apresto capaz de comunicar una rigidez apropi-
da a las prendas como camisas y blusas, especialmente las del
tipo de lavar y poner, durante el lavado.

25 Más específicamente, de acuerdo con esta invención, se
proporciona una composición de emulsión de apresto de teji-
dos que comprende un polímero vinílico obtenido por polime-
rización en emulsión, realizada en presencia de un polímero
catiónico y un polímero no iónico soluble en agua, siendo
30 el contenido en nitrógeno catiónico del polímero vinílico
de 0,004 a 0,2 % del peso de dicho polímero vinílico.

1 El agua se emplea en una proporción de 10 a 100 veces,
preferiblemente 15 a 40 veces, la cantidad de ropa y el agen-
te de apresto de esta invención se agrega en una proporción
de 0,2 a 3 % en peso, preferiblemente de 0,4 a 2 % en peso,
5 calculada sobre la ropa y comunicando un movimiento de agita-
ción continuo o discontinuo, el agente de apresto se adhiere
a la ropa con lo que puede comunicarse a la misma una rigi-
dez apropiada.

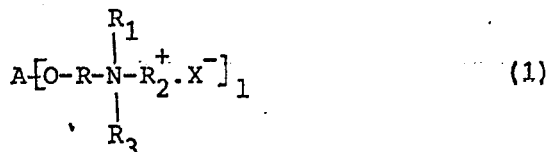
10 El polímero vinílico que se utiliza en esta invención
se prepara por polimerización en emulsión de un monómero
vinílico en una solución acuosa de un polímero no iónico so-
luble en agua, en presencia de un polímero catiónico.

15 Como polímero no iónico soluble en agua podemos mencio-
nar, por ejemplo, el alcohol polivinílico obtenido por sapo-
nificación de acetato de polivinilo hasta un grado de sapo-
nificación de 70 a 100 %, almidón modificado como almidón
hidroxietilado y almidón hidroxipropilado y un derivado de
celulosa como hidroxietilcelulosa o hidroxipropilcelulosa.
Es preferible que la viscosidad de una solución acuosa al
20 1 % de este polímero no iónico soluble en agua sea de 3 a
500 centipoises (en adelante abreviado a "cps"), especialmen-
te 5 a 100 cps.

25 Como polímero catiónico que se utiliza en esta invención,
podemos mencionar, por ejemplo, la celulosa catiónica y el
almidón catiónico (los que son solubles en agua y contienen
un grupo catiónico amonio cuaternario como grupo catiónico
son especialmente preferidos) y los polímeros vinílicos ca-
tiónicos.

30 Como almidón catiónico o celulosa catiónica, se emplean
preferiblemente los representados por la siguiente fórmula(1):

1



5

donde A es un resto de almidón o celulosa, R es un grupo alquileo o hidroxialquileo, R₁, R₂ y R₃, que pueden ser iguales o diferentes, representan un grupo alquilo, arilo o aralquilo o pueden formar un anillo heterocíclico junto con el átomo de nitrógeno de la fórmula, X es un anión (como cloro, bromo, yodo, ácido sulfúrico, ácido sulfónico, ácido metilsulfúrico, ácido fosfórico o ácido nítrico) y l es un número entero positivo.

10

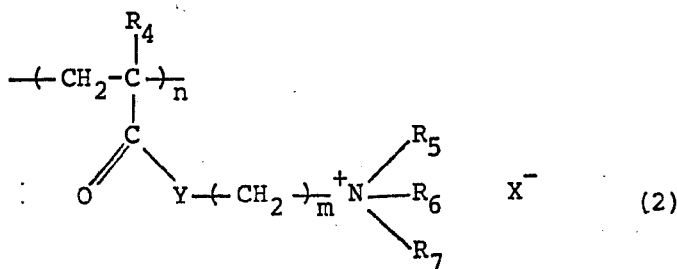
15

Es preferible que el grado de sustitución catiónica sea de 0,01 a 1, especialmente de 0,02 a 0,5 en la celulosa catiónica o en el almidón catiónico. En otras palabras, es preferible que se introduzcan de 0,01 a 1 grupo catiónico, especialmente de 0,02 a 0,5 grupos catiónicos, por unidad de glucosa anhidra. Si el grado de sustitución es inferior a 0,01, no se obtienen resultados satisfactorios. No se introduce ningún inconveniente especial cuando el grado de sustitución es superior a 1, pero se prefiere un grado de sustitución no superior a 1 desde el punto de vista del rendimiento de la reacción.

20

Como polímero vinílico catiónico podemos mencionar los representados por las siguientes fórmulas (2) a (4):

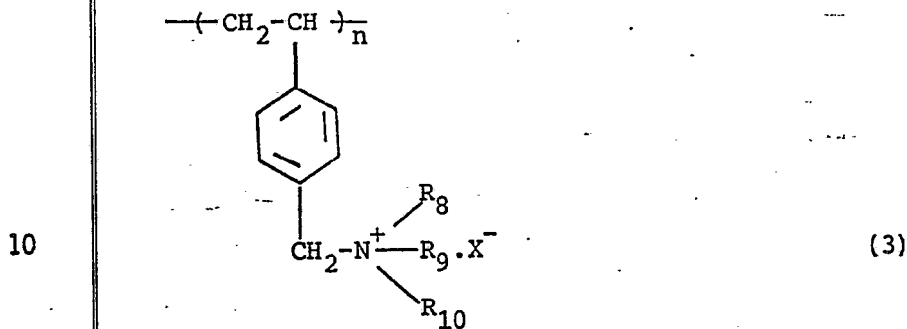
25



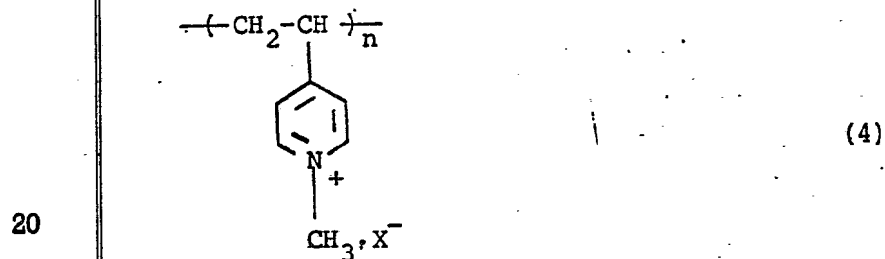
30

donde R₄ es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, R₅, R₆

1 y R₇, que pueden ser iguales o diferentes, representan un
átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alquilo sustituido
de 1 a 4 átomos de carbono, Y representa un átomo de oxígeno
o un grupo -NH en la unión amida, X es el definido anterior-
5 mente en la fórmula (1) y m es un número entero de 1 a 10;



15 donde R₈, R₉ y R₁₀, que pueden ser iguales o diferentes,
representan un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alqui-
lo sustituido de 1 o 2 átomos de carbono y X es el definido
antes en la fórmula (1) y



donde X es el definido anteriormente en la fórmula (1).

25 Es preferible que la viscosidad de una solución acuosa
al 1 % del polímero catiónico esté comprendida entre 5 y
1000 cps, especialmente entre 10 y 500 cps, cuando se mi-
de a 20°C. En la preparación del polímero vinílico de esta
invención, el polímero catiónico se agrega en una proporción
de 0,01 a 5 % en peso, preferiblemente 0,2 a 3 % en peso,
calculada sobre la totalidad de la emulsión.

30 El contenido de nitrógeno catiónico procedente del po-
límero catiónico contenido en el polímero vinílico es de

1 0,004 a 0,2 % en peso, preferiblemente de 0,01 a 0,15 % en
peso, calculado sobre el polímero vinílico. Si el contenido
de nitrógeno catiónico es inferior a 0,004 % en peso, no pue-
5 de obtenerse un efecto suficiente y cuando el contenido de
nitrógeno catiónico es superior a 0,2 % en peso, el efecto
conseguido es satisfactorio pero se producen decoloraciones
del polímero vinílico y aparecen inconvenientes desde el pun-
to de vista económico.

10 El acetato de vinilo es el monómero vinílico preferido
para utilizar en la formación del polímero vinílico de esta
invención. Además, pueden utilizarse ésteres vinílicos de
ácidos grasos inferiores como butirato de vinilo y propiona-
to de vinilo, ésteres de ácido acrílico como acrilato de me-
tilo, acrilato de etilo y acrilato de butilo y ésteres de
15 ácido metacrílico como metacrilato de metilo, metacrilato
de etilo y metacrilato de butilo. Además, pueden utilizarse
combinaciones de monómeros copolimerizables con dicho monóme-
ro vinílico, por ejemplo estireno y etileno.

20 La cantidad utilizada del monómero es de 20 a 60 % en
peso, preferiblemente de 25 a 50 % en peso, calculado so-
bre la emulsión final.

25 Cuando se prepara el polímero vinílico de esta invención,
puede agregarse un agente tensoactivo no iónico como emulgen-
te, de acuerdo con las necesidades. Como casos típicos de
estos agentes tensoactivos no iónicos, podemos mencionar
los polioxietilen-alquil-éteres, los polioxietilen-alquil-
fenil-éteres y los ésteres de polioxietilensorbitano de áci-
dos grasos. Es preferible que el valor del BHL de este agen-
te tensoactivo no iónico sea como mínimo 11, y especialmente
30 de 13 a 18.

1 El 2,2'-azo-bis(2-amidinopropano) es el iniciador de la
polimerización más preferido para utilizarlo en la produc-
ción del polímero vinílico de esta invención. Además, puede
5 utilizarse, por ejemplo, peróxido de hidrógeno, hidroperóxi-
do de ter-butilo, hidroperóxido de cumeno, peróxido de ter-
butilo, peróxido de metiletilcetona, peróxido de ciclohexa-
nona, ácido peracético y ácido perbenzoico. Es preferible
utilizar el iniciador de la polimerización en una proporción
de 0,01 a 5,0 % del peso del monómero vinílico.

10 La temperatura de reacción a adoptar para la producción
del polímero vinílico de esta invención es de 40 a 120°C,
preferiblemente de 50 a 90°C. El pH adoptado en la polime-
rización es de 3 a 9, preferiblemente 4 a 8. Como agente
regulador del pH, pueden utilizarse sales inorgánicas como
15 carbonato sódico, bicarbonato sódico, ortofosfato sódico,
fosfato sódico secundario, fosfato sódico primario, cloruro
sódico y sulfato sódico y sales de ácidos orgánicos como ace-
tato sódico. El agente regulador del pH se incorpora en una
proporción de 0,05 a 2 % en peso, preferiblemente 0,1 a 1 %
20 en peso.

El agente de apresto puede contener además los aditivos
habituales para las emulsiones de polímeros, de acuerdo con
las necesidades. Por ejemplo, el agente de apresto puede con-
tener un plastificante como ftalato de dibutilo, adipato de
25 dibutilo, adipato de dioctilo o triacetina, un agente anti-
congelante como etilenglicol, propilenglicol o etanol, un
perfume, un fungicida, un antiséptico, un colorante fluo-
rescente y un pigmento.

30 El agente de apresto de esta invención puede aplicarse
a un método habitual de apresto en el que la relación de la

1 cantidad de ropa a la cantidad de agua que diluye a la com-
posición de apresto, es decir, la relación de baño, está
comprendida entre 1:1 y 1:4. Sin embargo, cuando se emplea
el agente de apresto de esta invención, se obtienen resulta-
5 dos especialmente buenos si la relación de baño es de 1:10 a
1:100 y preferiblemente de 1:15 a 1:40. Este aumento de la
relación de baño asegura un almidonado uniforme. Además, en
el caso de la aplicación doméstica, si se aplica de forma
continua una agitación intensa, mediante una lavadora eléc-
10 trica y la operación de apresto se realiza mientras la so-
lución acuosa del agente de apresto está suficientemente sa-
cudida y fluidificada, puede conseguirse un efecto de absor-
ción suficiente del agente de apresto en una tela gruesa pe-
ro no suficiente en una tela delgada. Por consiguiente, el
15 agente de apresto es suficientemente absorbido en los artí-
culos fibrosos gruesos como sábanas y, en el caso de la
ropa como camisas y blusas, la cantidad de agente de apres-
to absorbida en la porción no forrada, por ejemplo la parte
del cuerpo, es menor que la cantidad de agente de apresto
20 absorbida en la porción forrada o entretelada como el cuello
o los puños. El resultado es que puede conseguirse un exce-
lente efecto de apresto en comparación con el efecto obte-
nido por los agentes de apresto convencionales. Este exce-
lente efecto de acabado no puede obtenerse por cualquiera de
25 los agentes de apresto no iónicos y aniónicos convencionales
y el aumento de la relación de baño o la aplicación de una
fuerza de agitación no tiene influencia en el caso de los
agentes de apresto convencionales. El poder de agitación a
30 aplicar cuando se utiliza el agente de apresto de esta in-
vención puede ser tal que la solución acuosa del agente de

1 aprestó sea agitada continua o discontinuamente mediante una
fuerza mecánica. Por lo tanto, cuándo el agente de apresto
de esta invención se utiliza a nivel doméstico, se obtienen
buenos resultados si se emplean lavadoras del tipo de pulsa-
5 dor, agitador o tambor.

 Cuando la operación de apresto se realiza empleando el
agente de apresto de esta invención, la cantidad aplicada
del componente efectivo del agente de apresto (la cantidad
de componente sólido) es de 0,2 a 3 % en peso, preferible-
10 mente de 0,4 a 2 % en peso, del peso de la ropa.

 Esta invención será descrita ahora con detalles refirién-
dose a los siguientes ejemplos, que en modo alguno limitan
su alcance. En estos, ejemplos, todas las partes se dan
en peso.

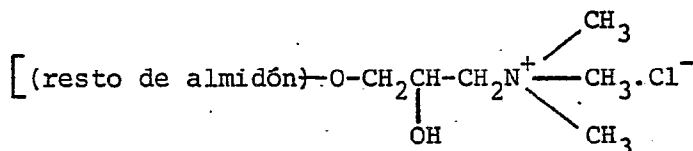
15

EJEMPLO 1

Síntesis del polímero vinílico

 Un matraz de cinco bocas provisto de termómetro, refrige-
rante de reflujo, dispositivo de introducción de nitrógeno
y un dispositivo de goteo dosificador se carga con x partes
20 de alcohol polivinílico (completamente saponificado, grado
de polimerización = 1800) y 130 partes de agua desionizada,
el polímero se disuelve en agua a 80°C y la solución se en-
fría a 40°C. Después se agregan y partes de almidón trimetil-
aminohidroxipropilado

25



 grado de sustitución catiónica (valor medio del número de
30 grupos catiónicos introducidos por unidad de glucosa anhi-
dra) = 0,30; viscosidad de una solución acuosa al 1 % = 30

1 cps], 0,5 partes de polioxietilen-dodecil-éter (número medio
de moles de óxido de etileno adicionado = 30) y una solución
acuosa de carbonato sódico constituida por 1 parte de carbo-
nato sódico y 10 partes de agua desionizada. El aire del ma-
5 traz se sustituye por nitrógeno. Después se añaden 10 partes
de acetato de vinilo monomérico y un iniciador de la polime-
rización constituido por 0,1 partes de hidrocioruro de 2,2'-
azo-bis(2-amidinopropano) y 10 partes de agua desionizada.
La temperatura se eleva a 70°C para iniciar la polimeriza-
10 ción. A lo largo de un periodo de 100 minutos después de trans-
curridos 10 minutos de la iniciación de la polimerización,
se agregan continuamente 90 partes de acetato de vinilo mo-
nomérico. Una vez completada la adición continua, se enveje-
ce a 80°C durante una hora. Así se completa la polimerización
15 en emulsión.

PREPARACION DEL AGENTE DE APRESTO

A 90 partes de la emulsión sintetizada en el párrafo
anterior se agregan 2 partes de adipato de dibutilo, 4 par-
tes de etanol, 0,5 partes de una emulsión de silicona (1000
20 centistokes; emulsión al 30 % de aceite de silicona) y 3,5
partes de agua desionizada para formar el agente de apresto.

ENSAYO DE APRESTO

En una lavadora experimental del tipo Tergot-O-Meter, se
agrega el agente de apresto a 1000 ml de agua desionizada,
25 en una cantidad de 0,6 g como componente efectivo y el agen-
te de apresto se dispersa suficientemente en agua. Después
se añaden 50 g de una tela de algodón (#60) y se agita a
100 rpm durante 3 minutos para almidonar. La tela de algodón
se deshidrata durante 30 segundos en un deshidratador (tam-
bor secador de una lavadora National), se seca al aire, se
30

1 plancha a 130°C durante 1 minuto y se deja en reposo duran-
te 1 día en una cámara termostaticada mantenida a una tempe-
ratura de 20°C y a una humedad relativa del 65 %. La rigidez
de almidonado se mide de acuerdo con el método de la palanca
5 de la norma japonesa JIS-1005-1959 (un valor mayor indica
una mayor rigidez). Los resultados obtenidos en el ensayo
anterior sobre diversos agentes de apresto sintetizados mo-
dificando las cantidades de alcohol polivinílico y de almi-
dón trimetilaminohidropropilado se encuentran en la Ta-
10 bla I.

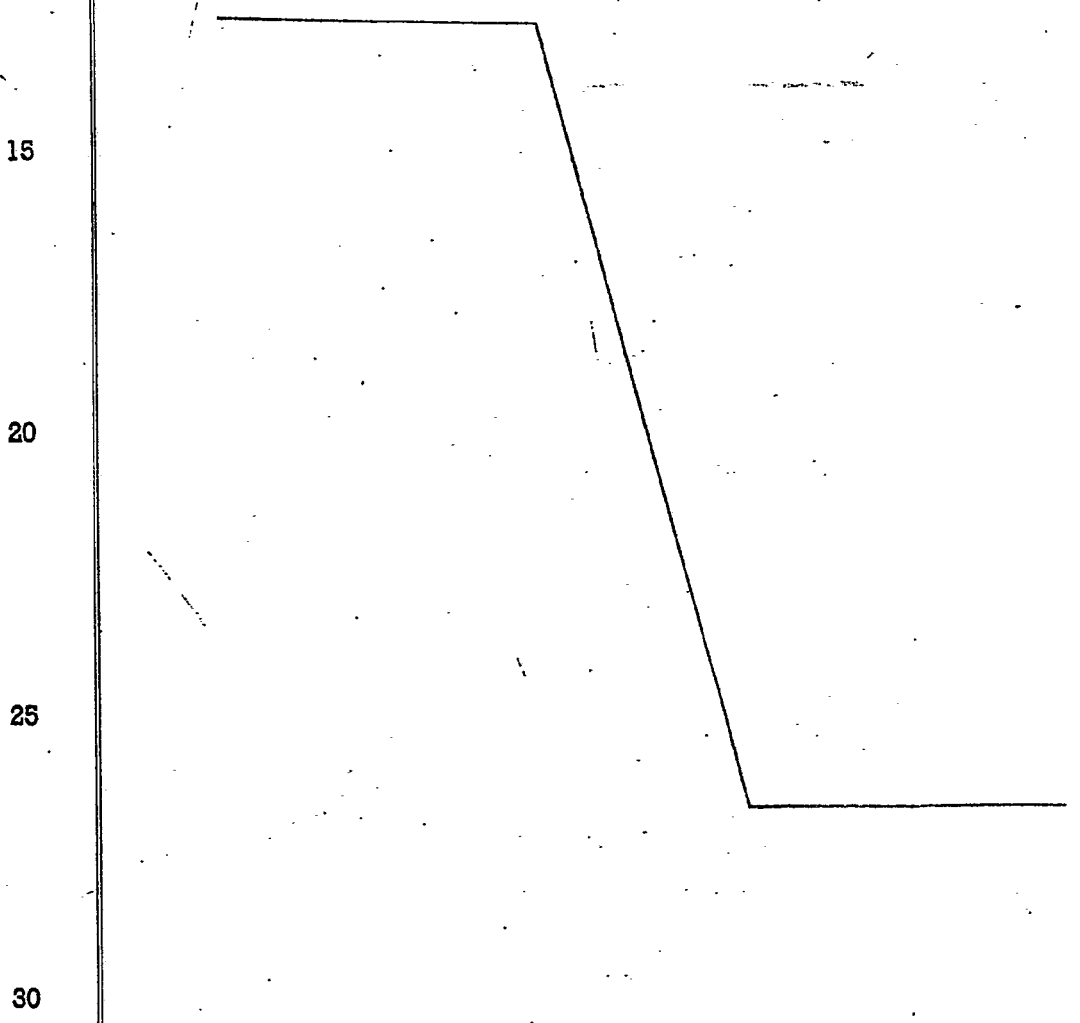


TABLA I

Muestra	Cantidad (x par tes) de alcohol polivinílico		Cantidad (y par tes) de almidón catiónico		Cantidad (%) de almidón catiónico en la emulsión total	Cantidad (%) de nitrógeno ca- tiónico cuaternario		Rigidez de almi- donado (cm)
						Sobre sólidos totales	Sobre la emulsión	
A	8,5	0	0	0	0	0	0	5,2
B	8,0	0,5	0,5	0,19	0,19	0,0091	0,0038	5,5
C	7,5	1,0	1,0	0,38	0,38	0,018	0,0076	5,9
D	7,0	1,5	1,5	0,58	0,58	0,027	0,012	6,5
E	6,5	2,0	2,0	0,77	0,77	0,036	0,015	7,2
F	6,0	2,5	2,5	0,96	0,96	0,045	0,019	7,4
G	5,0	3,5	3,5	1,35	1,35	0,064	0,027	7,7
H	4,0	4,5	4,5	1,73	1,73	0,082	0,035	7,8
I	3,0	5,5	5,5	2,12	2,12	0,10	0,042	7,8
J	2,0	6,5	6,5	2,50	2,50	0,12	0,050	7,8

1

5

10

15

20

25

30

TABLA I

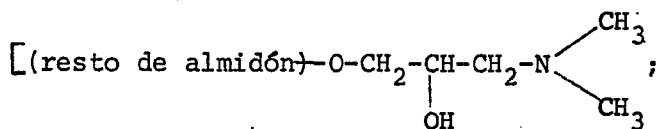
Cantidad (%) de nitrógeno ca-
tiónico cuaternario

<u>Sobre sólidos totales</u>	<u>Sobre la emulsión</u>	<u>Rigidez de almi- donado (cm)</u>
0	0	5,2
0,0091	0,0038	5,5
0,018	0,0076	5,9
0,027	0,012	6,5
0,036	0,015	7,2
0,045	0,019	7,4
0,064	0,027	7,7
0,082	0,035	7,8
0,10	0,042	7,8
0,12	0,050	7,8

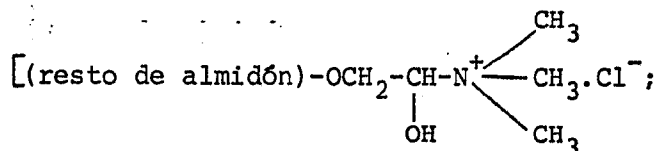
1 En el caso de la composición de apresto A, que no per-
tenece a esta invención, incluso aunque se aumente la can-
tidad de componente efectivo del agente de apresto hasta
5 1,8 g y se realice el tratamiento de almidonado de forma si-
milar, la rigidez de almidonado solamente aumenta a 6,2 cm.

EJEMPLO 2

Un matraz de cinco bocas provisto de termómetro, agita-
dor, refrigerante de reflujo, dispositivo de entrada de ni-
trógeno y dispositivo de goteo dosificador, se carga con
10 5,2 partes de alcohol polivinílico (completamente saponifi-
cado, grado de polimerización = 1800) y 130 partes de agua
desionizada. El alcohol polivinílico se disuelve en agua a
80°C y la solución se enfría a 40°C. Después se agregan a la
solución anterior 7,8 partes de almidón dimetilaminohidrox-
15 propilado



20 grado de sustitución catiónica (valor medio del número de
grupos catiónicos introducido por unidad de glucosa anhidra)=
0,6; viscosidad de una solución acuosa al 1 % = 30 cps] o
almidón trimetilaminohidroxietilado



25 grado de sustitución catiónica = 0,6; viscosidad de una so-
lución acuosa al 1 % = 35 cps], 0,5 partes de polioxietilen-
estearil-éter (número medio de moles de óxido de etileno adi-
30 cionado = 25) y una solución acuosa constituida por 1 parte
de carbonato sódico y 10 partes de agua desionizada. El aire

1 del matraz se sustituye por nitrógeno. Después se añaden
10 partes de acetato de vinilo monomérico y un iniciador de
la polimerización constituido por 0,1 partes de hidroclore-
5 ro de 2,2'-azo-bis(2-amidinopropano) y 10 partes de agua
desionizada y la temperatura se eleva a 70°C para iniciar la
polimerización. A lo largo de un periodo de 100 minutos des-
pués de transcurridos 10 minutos de la iniciación de la poli-
10 merización, se añaden continuamente 90 partes de acetato de
vinilo monomérico. Una vez completada la adición continua,
se envejece a 80°C durante una hora para completar la reac-
ción de polimerización en emulsión.

15 A 90 partes de la emulsión así formada se añaden 2 par-
tes de adipato de dibutilo, 4 partes de etanol, 0,5 partes
de una emulsión de silicona (emulsión al 30 % de un aceite
de silicona de 10.000 centistokes) y 3,5 partes de agua des-
ionizada para formar un agente de apresto.

20 El agente de apresto así obtenido se mantiene a -10-5°C
(se deja en reposo a -10°C durante 12 horas y a 5°C durante
12 horas; un ciclo de variación de temperatura = 48 horas)
o a 40°C durante 1 mes. En el caso del agente de apresto de
esta invención que contiene almidón trimetilaminohidroxieti-
lado, no se produce ningún cambio pero en el caso del agen-
te de apresto que contiene almidón dimetilaminohidroxipropi-
lado, se observa separación en dos fases en ambos ensayos.

25 EJEMPLO 3

30 El agente de apresto de esta invención (muestra J en
el Ejemplo 1) se compara con un agente de apresto del tipo
de emulsión de acetato de polivinilo no iónico, comercial.
Es decir, se trata un tejido de algodón (#60) de la misma
forma que en el Ejemplo 1 y se determina la rigidez del almi-

1 donado en la forma descrita en el Ejemplo 1 para obtener los resultados indicados en la Tabla II.

TABLA II

5	Contenido (%) de componente efectivo			
	0,03	0,05	0,1	0,2
Muestra J	6,6 cm	7,6 cm	8,7 cm	9,9 cm
Producto no iónico comercial	4,9 cm	5,2 cm	5,6 cm	6,1 cm

EJEMPLO 4

10 En la misma vasija de reacción utilizada en el Ejemplo 1, se disuelven 8 partes de alcohol polivinílico (grado de saponificación del acetato de polivinilo = 78,5 %; grado de polimerización = 1600) a 80°C en 130 partes de agua desionizada y la solución se enfría a 40°C. Después se agregan a la

15 solución anterior 0,3 partes de celulosa catiónica [JR-400 fabricada por Union Carbide Corporation; grado de sustitución hidroxietílica (valor medio del número de grupos hidroxilo introducidos por unidad de glucosa anhidra) = 1,6 a 2,1; grado de sustitución catiónica = 0,35 a 0,45; contenido de

20 nitrógeno = 1,7 a 2,2 %], 0,8 partes de polioxietilen-nonilfenil-éter (número medio de moles de óxido de etileno adicionado = 20) y una solución acuosa de carbonato sódico constituida por 0,5 partes de carbonato sódico y 5 partes de agua desionizada. El aire del matraz se sustituye por nitrógeno. Después se añaden 10 partes de acetato de vinilo mono-

25 mérico y un iniciador de la polimerización constituido por 0,1 partes de hidrocloreuro de 2,2'-azo-bis(2-amidinopropano) y 10 partes de agua desionizada y la temperatura se eleva a 70°C para iniciar la polimerización. A lo largo de un periodo de 100 minutos a partir de los 10 minutos después de iniciada la polimerización, se añaden continuamente 90 partes de

30

1 acetato de vinilo monomérico. Una vez completada la adición
continua, se envejece a 80°C durante una hora para completar
la reacción de polimerización en emulsión. En la emulsión re-
sultante, el contenido de sólido es del 42,4 % y el tamaño
5 de partícula es alrededor de 0,5 a 1,0 micras.

A 91 partes de la emulsión así obtenida se añaden 2 par-
tes de ftalato de dibutilo, 3 partes de etanol, 2 partes de
propilenglicol, 0,5 partes de una emulsión de silicona (emul-
sión al 30 % de aceite de silicona de 10.000 centistokes) y
10 1,5 partes de agua desionizada para obtener un agente de apres-
to. Se halla que el producto presenta valiosas propiedades
como agente de apresto a utilizar para el tratamiento de
apresto con una lavadora.

EJEMPLO 5

15 En un matraz de cinco bocas provisto de termómetro, agi-
tador, refrigerante de reflujo, dispositivo de entrada de
nitrógeno y dispositivo de goteo dosificador, se disuelven
8 partes de alcohol polivinílico (completamente saponifica-
do, grado de polimerización = 1800) en 130 partes de agua
20 desionizada a 80°C. La solución se enfría a 40°C. Después
se añaden a la solución anterior 0,5 partes de almidón tri-
mètilaminopropilado (grado de sustitución = 0,5, viscosidad
de una solución acuosa al 1 % = 45 cps), 0,5 partes de po-
25 lioxietilen-estearil-éter (número medio de moles de óxido
de etileno adicionado = 25) y una solución acuosa constituí-
da por 1 parte de carbonato sódico y 10 partes de agua des-
ionizada. El aire del matraz se sustituye por nitrógeno. Des-
pués se añaden 10 partes de acetato de vinilo monomérico,
0,1 partes de hidrocioruro de 2,2'-azo-bis(2-amidinopropa-
30 no) y 10 partes de agua desionizada y la temperatura se ele-

1 va a 72° C para iniciar la polimerización. Se añaden conti-
nuamente 90 partes de acetato de vinilo monomérico a lo lar-
go de un periodo de 100 minutos a partir de los 10 minutos
después de iniciarse la polimerización. Una vez completada
5 la adición continua, se envejece a 80° C durante una hora
para completar la reacción de polimerización en emulsión.
Como resultado de la observación en un microscopio óptico
se halla que el tamaño medio de partícula de la emulsión
es alrededor de 0,7 micras. El contenido en sólidos de la
10 emulsión es de 44,9 %.

A 90 partes de la emulsión así obtenida se añaden 2 partes de adipato de dibutilo, 4 partes de etanol, 0,5 partes de una emulsión de silicona (emulsión al 30 % y aceite de silicona de 10.000 centistokes) y 3,5 partes de agua desionizada para obtener un agente de apresto.
15

Cuando se utiliza este agente de apresto para el tratamiento en una máquina lavadora, se obtienen buenos resultados. Más específicamente, se comunica una gran rigidez apropiada a sábanas y fundas de edredón, y en el caso de camisas y blusas, se obtiene un tacto relativamente suave en la parte del cuerpo y un tacto rígido en la parte del cuello o puños.
20

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:
25

REIVINDICACIONES

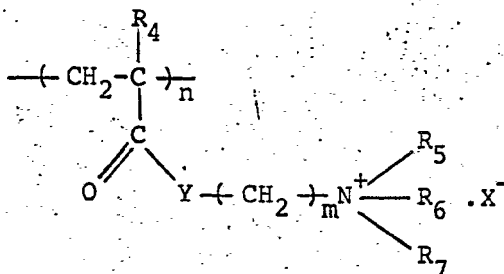
1.- Un procedimiento para la preparación de un polímero vinílico, útil en la obtención de un agente de aprestos de tejidos, que comprende las operaciones de someter a reacción de polimerización en emulsión un monómero vinílico, a una temperatura de 40 a 120° C y a un pH de 3 a 9.
30

1 en presencia de un polímero catiónico y de un polímero no
 iónico soluble en agua, de manera que el polímero vinílico
 resultante puede contener de 0,004 a 0,2 % en peso de ni-
 5 trógeno catiónico, calculado sobre el polímero vinílico, y
 agregar un componente de apresto convencional a la emulsión
 de polímero vinílico, para obtener el ajuste de apresto de
 tejidos.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
 donde el polímero catiónico es celulosa catiónica o almidón
 10 catiónico.

3.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
 donde el grado de sustitución catiónica (G.S.) del políme-
 ro catiónico es de 0,01 a 1,0.

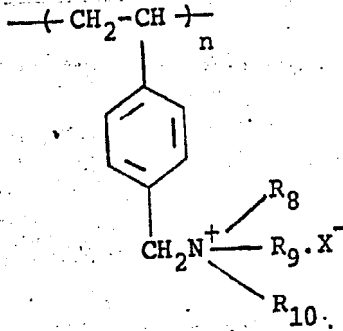
4.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
 15 donde el polímero catiónico es un polímero vinílico catióni-
 co representado por la siguiente fórmula:



20 donde R₄ es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo; R₅, R₆
 y R₇, que pueden ser iguales o diferentes, representan un
 átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alquilo sustituido
 de 1 a 4 átomos de carbono; y representa un átomo de hidró-
 25 geno o un grupo -NH en la unión amido; X representa un anión
 y m es un número entero de 1 a 10.

5.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
 donde el polímero catiónico es un polímero vinílico catióni-
 30 nico representado por la siguiente fórmula:

1



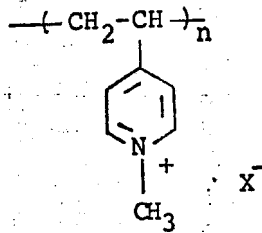
5

donde R₈, R₉ y R₁₀, que pueden ser iguales o diferentes, representan un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo o alquilo sustituido de 1 o 2 átomos de carbono y X es un anión.

10

6.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el polímero catiónico es un polímero vinílico catiónico representado por la siguiente fórmula:

15



donde X representa un anión.

20

7.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el contenido de nitrógeno catiónico procedente del polímero catiónico en el polímero vinílico es de 0,01 a 0,15 % en peso, calculado sobre el polímero vinílico.

25

8.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el polímero no iónico soluble en agua es almidón modificado, hidroxietilcelulosa o hidroxipropilcelulosa.

30

9.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el polímero no iónico soluble en agua es alcohol polivinílico con un grado de saponificación de 70 a 100 %.

10.- Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el monómero vinílico es acetato de vinilo, acrilato de metilo, metacrilato de metilo o una mezcla de los mismos

1 o de una mezcla de alguno de estos monómeros con etileno
o estireno.

5 11.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
donde la polimerización en emulsión se realiza con 20 a 60%
en peso de un monómero vinílico, calculado sobre el peso
total de la mezcla de reacción.

12.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
donde la polimerización en emulsión se realiza con un emul-
gente.

10 13.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
donde se emplea además un aditivo o una mezcla de los mis-
mos, seleccionados entre plastificantes, agentes anticonge-
lantes, perfumes, fungicidas, antisépticos, colorantes fluo-
rescentes y pigmentos.

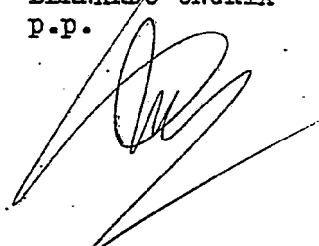
15 14.- Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN POLIMERO VINILI-
CO UTIL EN LA OBTENCION DE UN AGENTE DE APRESTO DE TEJIDOS.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de ventiuna pá-
ginas mecanografiadas.

Madrid, 26 de enero 1.979

BERNARDO UNGRIA

p.p.



25

30