

PATENTE ESPAÑOLA

**MEMORIA** 43

descriptiva sobre "Perfeccionamientos en la impermeabilización  
de fibras textiles, tejidos y similares".

**POR**

Dr. ERIC BERKELEY HIGGINS

**DE**

Punchetts, Tewin Wood

Condado de Hertford

Inglaterra.

149749



PATENTE DE INVENCION.

149749

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"PERFECCIONAMIENTOS EN LA IMPERMEABILIZACION DE FIBRAS TEXTILES, TEJIDOS Y SIMILARES".  
-----

Solicitante: Dr. ERIC BERKELEY HIGGINS.

Residencia: PUNCHETS, Tewin Wood, Condado de Hertford (Inglaterra)

Nacionalidad: Inglés.

La presente invención se relaciona con el tratamiento de fibras textiles y tejidos para hacerlos impermeables y está basada en la observación de que ciertas combinaciones que se verifican entre determinados metales anfóteros, particularmente zinc y aluminio, o sus óxidos hidratados y proteínas anfóteras, especialmente caseína, bajo condiciones ácidas controladas, poseen en un elevado grado la propiedad de impermeabilizar después de deshidratadas y confieren esta propiedad a las fibras textiles por las cuales han sido absorbidas, o en las cuales o sobre las cuales han sido producidas, mientras que bajo condiciones alcalinas no se verifica ninguna combinación entre tales cuerpos anfóteros.

De acuerdo con la presente invención, los tejidos o fibras textiles son tratados de manera que se hace entrar

1487-24



en contacto sobre el material textil una proteina anfótera, per ejemplo caseina, con un compuesto conteniendo un metal anfótero, y obligando a los componentes anfóteros a combinarse "in situ" mediante reducción del valor pH del sistema, es decir, estableciendo condiciones ácidas definitivas en el material textil. Aun cuando puede decirse que el material textil es impregnado bajo condiciones alcalinas y que la combinación es prevenida a tener lugar haciendo el sistema ácido, puesto que la formación o no formación de los compuestos deseados es dependiente de la reacción del medio, es necesario definir las condiciones de los reactivos más determinadamente que por el término general "ácido" y "alcalino". Para las proteínas anfóteras cuyo punto isoelectrico se halla en la proximidad de 4.5 pH, todo pH mayor de 4.5 puede considerarse como "alcalino". Este, sin embargo, no es el significado intentado aquí, pero un pH de un valor mayor de neutralidad, o sea mayor de 7.0 ha de considerarse como alcalino y la alcalinidad preferida de la solución de impregnación es pH 10, a cuyo punto las sales de metal anfótero producen soluciones alcalinas estables. No obstante, se pueden obtener buenos efectos, por ejemplo en presencia de sales compensadoras tales como bórax o jabón, cuya adición es beneficiosa, con valores pH tan bajos como 8.0; aunque en general ha de preferirse el valor más elevado, ya que entonces no se produce ninguna separación de hidróxido de metal anfótero en la solución de tratamiento.

A la inversa, "ácidos" ha de entenderse como en la escala absoluta, pero el pH efectivo es también importante. Es posible obtener el efecto deseado en la parte ácida a un valor pH de 6.5 a 6 y así el gas dióxido de carbono de la



atmósfera será suficiente como medio ácido. Sin embargo, es preferible generalmente trabajar en el orden ácido más bajo que éste, aunque no más bajo que a un valor pH de 4.0 a 3.5.

50 Aunque naturalmente los valores más extremos no están excluidos, los valores pH óptimos para la parte alcalina son de 8 hasta 11 y para el orden ácido de 6.5 hasta 3.5. Una vez que la combinación de los componentes anfóteros haya sido completada así, el exceso ácido puede eliminarse  
55 mediante lavado, o en el caso de que el ácido empleado sea volátil, mediante evaporación. Los productos de reacción son insolubles en los disolventes volátiles corrientemente empleados en los procedimientos de lavado químico o en seco y la impermeabilidad conferida a los tejidos textiles no  
60 queda alterada por tal lavado.

El procedimiento según la presente invención, en el que se produce un compuesto de una proteína anfótera y un metal anfótero mediante regulación de las condiciones existentes, ha de diferenciarse cuidadosamente del endure-  
65 cimiento de una proteína pasando el hilo o el tejido, tratado con una mescla conteniendo caseína, por un baño de endurecimiento que contenga por ejemplo alumbre, empleado también en el curtimiento de pieles. Tales productos endurecidos por agentes curtientes se asemejan al cuerno o asta, son  
70 duros y solo adecuados para su empleo sobre textiles si se modifican ulteriormente por ejemplo por la introducción de materiales de ablandamiento. Por otra parte, los compuestos obtenidos de acuerdo con la presente invención son permanentemente plásticos, incluso después de haberse  
75 secado completamente. La presente reacción es también

7487-9



totalmente distinta de una reacción en la que una mezcla  
conteniendo caseína se disuelve en un silicato básico y que  
después de la impregnación se trate con alumbre que hace el  
silicato insoluble y que libera la caseína; en tal caso  
80 la caseína actúa como agente de ablandamiento para salvar  
el tacto áspero que ocasionaría la presencia del silicato.

Las soluciones alcalinas de las proteínas anfóteras  
empleadas de acuerdo con la presente invención, son en  
general compatibles con jabones alcalinos y ceras, e en  
85 combinación con éstos, son excelentes emulsificadores y  
humectantes, de modo que la mezcla alcalina de cuerpos  
anfóteros puede servir para emulsionar grasas o ceras o  
mezclas de jabones y grasas y ceras, o cualquiera de los  
mismos, en cuyo caso la materia grasa queda incluida en  
90 la masa acuosa de reacción cuando la reacción química es  
promovida por acidificación, y su presencia confiere  
propiedades adicionales de repulsión de agua, como epuestos  
a la impermeabilidad, a los géneros tratados, en todo caso  
temperalmente; y experimentos han demostrado que tal materia  
95 grasa incluida es más resistente a la acción de disolventes  
volátiles de lo que se podía suponer.

Las soluciones de tratamiento que contienen la proteína  
anfótera con jabón alcalino, grasas o ceras, o mezclas de  
jabones y grasas y ceras, o cualquiera de los mismos, y  
100 que contienen también el metal anfótero en solución, pueden  
prepararse en forma concentrada y cuando se mantienen  
alcalinas son muy aptas para almacenaje. Asimismo y según  
se explicará más adelante, tales mezclas concentradas  
pueden también contener substancias que aunque reaccionen  
105 neutralmente pueden producir condiciones ácidas una vez

8749



sometidas a secado o calentamiento.

La presente invención se lleva a cabo preferentemente sin el empleo de un baño ácido que contenga el metal, en el que se utilicen soluciones que debido a sus propiedades  
110 generales son reactivas indeseables, y para evitar la pérdida consiguiente de sales costosas de metal en la operación de lavado. Esto puede lograrse mezclando el óxido de metal anfótero en solución alcalina con la proteína anfótera también en solución alcalina, bajo cuyas condiciones no  
115 se opera ninguna reacción entre el metal y la proteína. El textil se impregna luego con esta mezcla, sola o mezclada con emulsiones de cera y jabón, o de uno u otro, eliminando el exceso, y luego se "agria" el tejido adecuadamente, es decir, se lo hace ácido, lo que puede lograrse mediante  
120 simple inmersión en una solución acuosa de ácido adecuada, seguida por extracción mecánica del exceso mediante compresión, aspiración o con empleo de fuerza centrífuga, y por lavado o, si el ácido empleado es volátil, por secado, cuando la desacidificación y el secado son simultáneos,  
125 o haciendo pasar el tejido impregnado por una atmósfera ácida en la que el agente de acidificación se halle presente en estado de vapor, seguido por lavado y secado o secado combinado y desacidificación por evaporación o por la incorporación en la mezcla alcalina de un cuerpo que aunque  
130 reaccione neutralmente pueda producir condiciones ácidas una vez sometido a secado.

Según un modo de llevar a cabo la invención, el tejido puede impregnarse con la proteína anfótera en solución alcalina, sola o mezclada con jabones alcalinos  
135 o ceras o ambos, eliminando el exceso por compresión,

140749



aspiración o fuerza centrífuga, y el tejido así impregnado puede luego tratarse con una solución ácida del compuesto de metal anfótero. La reacción es virtualmente instantánea y después de eliminar mediante lavado el exceso de la solución de metal, por ejemplo mediante pase por un lavadero descubierto, los géneros pueden secarse y acabarse en la forma acostumbrada. El efecto de impermeabilidad completo no se muestra hasta que el compuesto de metal-proteína haya sido "deshidratado", lo que tiene lugar simultáneamente con el secado del tejido que puede verificarse a temperaturas bajas (la de la atmósfera si fuera necesario) cuando se trate de tejidos delicados, tales como textiles del tipo de "substitutos" (mezclas de papel) o de hilos artificiales térmicamente inestables (seda al acetato). Por otra parte, la impregnación no es atacada por temperaturas superiores a las que destruirían los tejidos textiles.

La invención puede también llevarse a cabo mezclando los reactivos anfóteros solos o juntamente con emulsiones de jabón y cera, e uno u otro de ellos en solución alcalina, juntamente con un cuerpo que al calentarlo o al exponerlo al aire desarrolle propiedades ácidas, especialmente las sales ácidas orgánicas de piridina o amoníaco. El tejido se impregna luego con esta mezcla, eliminando el exceso mecánicamente, y secando después el tejido directamente sin lavado. El secado provoca la disociación de la sal de amoníaco o piridina con volatilización de la base, creando así en el tejido la condición ácida necesaria para la terminación de la reacción de acuerdo con la presente invención.

Los varios métodos alternativos para llevar a cabo

49749



la presente invención no son indistintamente equivalentes  
bajo un punto de vista de fabricación y técnica, aunque  
el objeto que se persigue es el mismo en cada uno de  
ellos, es decir, efectuar la impregnación del tejido en  
170 medios alcalinos y originar posteriormente la formación  
de los cuerpos deseados haciendo el sistema ácido. La  
elección del método alternativo que se habrá de preferir  
en la práctica dependerá de los textiles a tratar, de su  
acabado, clase y solides del tinte, tacto final, etc.

175 A fin de que la invención pueda comprenderse clara-  
mente y llevarse fácilmente a la práctica, se indican a  
continuación algunos ejemplos que se describen con más  
detalle.

Ejemplo 1.

180 20 lbs. de caseína se tratan en caliente con 1.6  
lbs. de sosa cáustica disuelta en 78.4 lbs. de agua, re-  
moviéndose la masa hasta que resulte homogénea. A esta  
masa se adicionan 5 lbs. de aluminato sódico ( $Al_2O_3$ ,  
52-53 por ciento,  $Na_2O$ , 42.4 por ciento) disuelto en 94  
185 lbs. de agua. La masa resultante tiene un valor pH mayor  
de 10. Los géneros a tratar son embebidos en esta solución  
diluida con agua en la proporción de 1:10, de modo que  
contengan de 80 a 100 por ciento de su peso de solución  
y después se los expone al aire o mejor a una atmósfera  
190 artificialmente enriquecida con dióxido de carbono o a  
una atmósfera de vapor hecha ácida mediante ácido acético  
o fórmico. Finalmente se someten los géneros a secado.

Ejemplo 2.

195 10 lbs. de caseína comercial se mezclan con 3 lbs.  
de bórax hidratado y se remueven con 100 lbs. de agua de

49740



200 80-90°C hasta resultar una masa homogénea, diluyéndose  
entonces la misma en agua hasta 1000 lbs. Los géneros a  
tratar se sumergen en esta solución que los impregna bien  
y rápidamente y el exceso de solución se elimina mediante  
cilindros exprimidores, cajas de aspiración o un hidroextrac-  
tor, de manera que los géneros retengan de 80 a 100 por  
ciento de su peso de la solución. La impregnación es  
realiza preferentemente en caliente, es decir a aproxima-  
damente 40°C. Los géneros así impregnados se introducen  
205 después en una solución de acetato de zinc (sal esencial-  
mente normal) que tenga una densidad de 9° Twaddle y un  
pH de 3.6. El exceso de solución se elimina como anterior-  
mente y los géneros se lavan luego en agua corriente, se  
secan y acaban en la forma conocida.

210 Ejemplo 3.

7.5 lbs. de ácido oléico son mezcladas con 7.5 lbs.  
de escamas de parafina dura, tratándose la masa con sosa  
caústica como fuerte solución (20 por ciento por peso) en  
cantidad suficiente para convertir el ácido oléico en  
215 jabón. A continuación y removiendo constantemente se  
añaden a esta masa 8.25 lbs. de caseína disuelta en 45  
lbs. de agua bajo la acción de 2.5 lbs. de bórax, adición  
que se efectúa en chorro continuo. Obtenida una masa  
homogénea, se diluye la misma con agua hasta 100 lbs. de  
220 peso, formando entonces el material una crema homogénea  
muy apta para almacenaje. Cuando se desea emplear esta  
masa se diluye la misma hasta 1500 lbs. y los géneros a  
tratar son trabajados en la misma y liberados del exceso  
de solución como anteriormente. En esta condición, (pH  
225 mayor de 8) los géneros que contienen de 80 a 100 por



140790

ciento de su peso de la solución alcalina son pasados por una solución de acetato de aluminio normal de 2° a 10° Twaddle con un valor pH de aproximadamente 3.6.

230 Ambas soluciones se aplican preferentemente en caliente, es decir, a aproximadamente 40°C. Los géneros son liberados del exceso de solución, lavados y secados. Debido a la alta penetración de las soluciones alcalinas, la impregnación es rápida y completa y el procedimiento puede llevarse a cabo convenientemente en calandrias de impregnación colocadas en serie con un lavadero descubierto; 235 y en estas circunstancias incluso tejidos gruesos con un peso de 1 lb. por yarda y más pueden tratarse satisfactoriamente mediante pasada continua a través de las dos soluciones y el lavadero con una velocidad de 25 a 30 240 yardas lineales por minuto.

Ejemplo 4.

7.5 lbs. de ácidos grasos de sebo son mezclados con 6 lbs. de escamas de parafina y la masa es saponificada con potasa cáustica acuosa concentrada. Mientras el jabón 245 se encuentra aún derretido, se incorporan 10 lbs. de caseína disuelta juntamente con 3 lbs. de bórax deca-hidratado en 100 lbs. de agua, removiéndolo bien, y cuando la masa resulta homogénea se deja la misma enfriar. Ato seguido se mezclan con esta masa 3.36 lbs. de aluminato de sodio 250 ( $Al_2O_3$ , 52-53 por ciento,  $Na_2O$ , 42.5 por ciento), y esta masa es apta para almacenarla (pH 10 o más). Para hacer uso de la mezcla indicada se diluye la misma por ejemplo hasta 1500 lbs. con agua, y los géneros a tratar se hacen pasar de manera continua a través de esta solución y, después 255 de eliminado el exceso de solución, a través de otra de

149749



ácido acético e ácido fórmico al 6 por ciento, procediéndose finalmente a su lavado y secado, e secado directo sin lavado previo.

Ejemplo 5.

260 8.25 lbs. de caseína son mezcladas con 2.5 lbs. de  
bórax deca-hidratado y la mezcla se empasta luego con  
70 lbs. de agua, removiéndola continuamente. Una vez que la  
masa sea homogénea se añaden poco a poco 15 lbs. de escamas  
de jabón comercial, continuando removiéndola y adicionando  
265 agua en la medida necesaria, de manera que el peso total  
de la masa sea de aproximadamente 100 lbs. y homogénea.  
Esta mezcla se deja luego enfriar, preferentemente remo-  
viéndola, y luego se añade una solución de 4.0 lbs. de  
aluminato de sodio en 40 de agua. Cuando la masa esté fría,  
270 se adicionan 15 lbs. de oxalato de piridina u oxalato de  
amonio o los acetatos correspondientes disueltos en 400 lbs.  
de agua. Para hacer uso de esta solución, se diluye la  
misma hasta 1500 lbs., se pasan los géneros por ella, se  
exprimen éstos según queda ya descrito y se procede a su  
275 secado sin lavado previo.

N O T A.

Ampliamente descrito el invento, así como la manera de  
ponerlo en práctica, se hace constar que puede someterse a  
variaciones de detalle sin que por ello se altere su principio  
280 fundamental. También se hace constar que el invento se basa en  
la patente inglesa N<sup>o</sup>496490, solicitada en 28 Mayo 1937, aco-  
giéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Conve-  
nios Internacionales en vigor y a la Moratoria acordada en  
España según Decreto del 3 de Mayo de 1940, siendo lo esencial  
285 del invento y por lo que se solicita patente de invención

1497-9



en España, sus Colonias y Protectorados, lo que queda resumido en las siguientes reivindicaciones:

290 1<sup>a</sup>.- Procedimiento para impermeabilizar tejidos y fibras textiles, que consiste en poner una proteína anfótera y un compuesto conteniendo un metal anfótero en contacto sobre el material textil y en establecer condiciones ácidas definitivas en el mismo, obligando así a dichos componentes anfóteros a combinarse "in situ".

295 2<sup>a</sup>.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque el compuesto del metal anfótero se introduce en el material textil con la proteína en un medio alcalino, haciendo el sistema subsiguientemente ácido.

300 3<sup>a</sup>.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según reivindicación 1<sup>a</sup>, caracterizado porque el material textil es impregnado en primer lugar con una solución alcalina de la proteína anfótera, poniéndose después el metal anfótero, contenido en una solución ácida, en contacto con la proteína en el material textil.

305 4<sup>a</sup>.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según reivindicaciones 1<sup>a</sup> ó 2<sup>a</sup>, caracterizado porque la mezcla de impregnación es aplicada al material textil juntamente con una substancia adicional que desarrolla propiedades ácidas durante el calentamiento o exposición al aire, secándose dicho material textil directamente sin lavado.

315 5<sup>a</sup>.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según reivindicaciones 1<sup>a</sup> ó 2<sup>a</sup> y también para hacer el material textil repelidor de agua, caracterizado porque el material textil es impregnado con una mezcla

49749



alcalina de proteína anfótera y compuesto de metal anfótero, en la que se emulsionaron una o más grasas, ceras o mezclas de jabón con grasas o ceras.

320 6ª.- Procedimiento, para el tratamiento de materiales textiles según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, caracterizado porque la proteína anfótera empleada es caseína.

325 7ª.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque el exceso de ácido es eliminado mediante lavado o evaporación.

330 8ª.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según reivindicación 4ª, caracterizado porque la substancia adicional empleada es una sal ácida orgánica de piridinium o amonio, la cual se disocia durante el secado con volatilización de la base, produciendo así en el material textil la condición ácida necesaria para terminar la reacción.

335 9ª.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por emplearse con la proteína una sal compensadora tal como bórax.

340 10ª.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque una solución alcalina conteniendo una proteína anfótera y una o varias de las substancias cera, jabón o grasa, es preparada en una forma concentrada, subsiguientemente diluida y luego empleada en el tratamiento de los textiles.

345 11ª.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según reivindicación 10ª, caracterizado porque un



407-9  
compuesto de un metal anfótero en solución es incluido con los otros ingredientes en la solución alcalina.

350 12.- Procedimiento para el tratamiento de materiales textiles según reivindicaciones 10ª ó 11ª, caracterizado porque en la solución alcalina se incluye también una substancia que durante el calentamiento produce una condición ácida en la mezcla.

355 13.- PERFECCIONAMIENTOS EN LA IMPERMEABILIZACION DE FIBRAS TEXTILES, TEJIDOS Y SIMILARES,

tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria, que consta de tres hojas mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, 18 de junio de 1940.

ERIC BERKELEY HIGGINS

*Eric Berkeley Higgins*