

283436



PATENTE DE INVENCIÓN

Dossier Nº 674.

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para el tratamiento de -
fibras queratínicas con objeto de aumen-
tar su resistencia al desgaste y a los
insectos".

==,==,==,==,==,==,==

Solicitante:

SOCIETE POUR LE TRAITEMENT ET L'AMELIORATION DES TISEUS,
entidad francesa, residente en 12, Rue Tronchet, PARIS
(Seine), Francia.

==,==,==,==,==,==,==

La presente invención se refiere al trata-
miento de las fibras queratínicas, en particular de
la lana, ya se presenten como hilos, borra, cintas
de lana peinada, tejidos o en cualquier otra forma.

5.

Tiene por finalidad esta invención proteger

283436 15 DIC 1962



- 2 -

la lana y las fibras análogas contra sus dos grandes enemigos: el desgaste y la polilla u otros insectos que se nutren de ella, obteniéndose esto merced a un tratamiento único particularmente conveniente.

5. Para proteger actualmente la lana contra la polilla, se depositan en ella particularmente unos insecticidas clorados. Estos compuestos son sólidos insolubles en agua, de modo que se hace preciso utilizar un disolvente orgánico como vehículo. Los disolventes orgánicos son de manipulación difícil e incómoda, por una parte, en razón a los riesgos de incendio que los mismos implican y, por otra parte, debido a los problemas que presenta su recuperación. Además, estos disolventes ejercen por regla general una influencia desfavorable sobre las propiedades de la lana.

10. Por otra parte ya se conoce el aumentar la resistencia al desgaste de la lana tratándola por impregnación por medio de emulsiones acuosas de ésteres ortosilícicos orgánicos.

15. Se ha descubierto ahora que estos ésteres pueden disolver cantidades suficientes de insecticidas clorados para servir de vehículo a estos últimos y que, además, operando en condiciones de pH determinadas, se puede fijar substantivamente sobre la lana y fibras análogas estos ésteres que arrastran con ellos los insecticidas clorados.

20. La invención abarca igualmente un procedimiento de tratamiento de fibras queratínicas, que se caracteriza particularmente porque consiste en poner

283436

- 3 -

13 DIC



- en contacto estas fibras con un baño acuoso de pH lo más igual a 6,5, manteniendo una circulación relativa entre las fibras y el baño, teniendo este último en emulsión un silicato orgánico de fórmula $Si\overline{O}(CH_2-CH_2-O)_nR\overline{O}$, en la que n es igual a 0, 1 ó 2 y R es un radical alifático linear o ramificado, ciclánico o aromático que contiene de 1 a 22 átomos de carbono, y disuelto en este silicato un insecticida orgánico clorado que se eleva sobre las fibras al mismo tiempo que el silicato. Gracias a este procedimiento, se realiza simultáneamente un tratamiento anti-desgaste y anti-polilla de la lana y otras fibras queratínicas, de un modo particularmente sencillo porque el silicato sube por las fibras arrastrando con él el insecticida, hallándose ambos fijados sobre las fibras, aun cuando el baño se agote en estos constituyentes.

Se examinarán ahora de manera detallada los modos de ejecución del procedimiento.

- Para garantizar una circulación relativa de las fibras y del baño, se utilizan convenientemente unos aparatos del tipo empleado para el tejido. Según la forma de las fibras tratadas, se hace circular el baño (para los hilos, la borra, etc.) o las fibras, por ejemplo, (para los tejidos).
- La cuba del aparato se llena de agua, estando comprendida la relación en peso entre las fibras tratadas y el agua o la relación del baño, entre 1/10 y 1/30 alrededor. A este agua se añade una emulsión concentrada de silicato que contiene en solución el insecticida, comprendiendo esta emulsión además unos

283436



- 4 -

coadyuvantes tales como emulsificantes, reguladores del pH, etc. El peso de emulsión utilizado es función del peso de las fibras, estando el silicato orgánico presente en razón de 1 a 5% del peso de las fibras

5. secas y el insecticida a razón de 0,01 a 0,25 % del peso de éstas.

Con la condición de que el baño así compuesto tenga un pH por lo menos igual a 6,5 que puede obtenerse con ayuda de ácido acético, fórmico o sulfúrico por ejemplo, se observa una elevación del silicato que arrastra el insecticida sobre las fibras.

10. Esta subida es lenta hasta 40°C; se acelera después para ser a todo más de una rapidez de alrededor de 60°C. Así es fácil calentar progresivamente el baño desde la temperatura ambiente hasta la proximidad a la ebullición. Al fin del tratamiento, 90 a 100 % de los constituyentes activos del baño se elevan sobre las fibras.

15. Entre los silicatos utilizables de fórmula general indicada anteriormente, se pueden citar particularmente:

20. el silicato de etilo: $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$
 el silicato de isobutilo: $\text{Si}[\text{OCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2]_4$
 el silicato de etilo-2-hexilo: $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{-CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{-(CH}_2)_3\text{CH}_3)_4$

25. el silicato de nonilo : $\text{Si}[\text{O}(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3]_4$
 el silicato de butil-celolve: $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CO}_4\text{H}_9)_4$

Estos compuestos pueden obtenerse por reacción del tetracloruro de silicio con el alcohol correspondiente o por transesterificación a partir de un ortosilicato más ligero.

- 30.

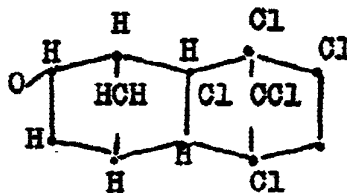
283436



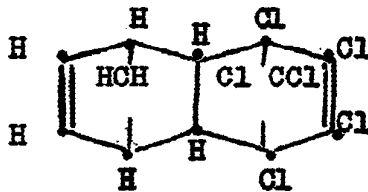
- 5 -

Entre los insecticidas clorados utilizables se pueden citar los siguientes que son los más activos:

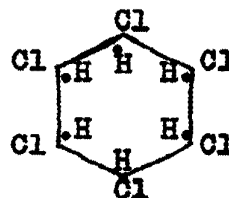
- hexacloro-exposi-octahidro-dimetano-naftaleno o H.E.O.D. de fórmula



5. - hexacloro-octahidro-dimetano-naftaleno o H.O.D. N. de fórmula

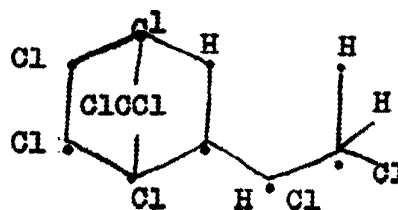


- hexaclorociclohexano o H.C.H. de fórmula



cuyo isómero es particularmente activo.

10. - octacloro-metano-tetrahydro-indano o "clordano" de fórmula



así como el D.D.T., el metoxicloro, el D.D.D. (1,1-dicloro-2-2bis (p-clorofenil) etano) y el D.F.D.T. (1,1,1-

283436
- 6 -



tricloro-2,2 bis (p-p-fluorofenil)etano).

Estos insecticidas clorados son solubles en los silicatos orgánicos en proporciones suficientes para la ejecución del procedimiento.

5. Así pues, el H.E.O.D. y H.O.D.N. son solubles a razón de 5% en los silicatos precitados, mientras que H.C.H. es soluble a razón de 2% en el silicato de etilo-2-hexilo y el silicato de butil-celosolve.

10. Para preparar los baños de tratamiento, se disuelve previamente el insecticida clorado en el silicato, luego se forma con ayuda de esta solución una emulsión madre concentrada para añadirla al agua contenida en la cuba del aparato.

15. Para disolver el insecticida clorado en el silicato es conveniente calentar este último a unos 50°C, lo cual acelera la puesta en solución. Los cristales más gruesos del insecticida pueden igualmente triturarse con el mismo objeto. Para obtener la emulsión madre a una concentración de 20%, se puede operar como sigue.

20. A ocho litros de agua de dureza inferior a 10° hidrotimétricos franceses y de pH neutro o ligeramente ácido, se añade una pequeña cantidad de un emulsionante tal como el "Resopane HW" de SANDOZ. Se añaden entonces dos litros de la solución insecticida en el silicato y se
25. agita con ayuda de un turbo-agitador que gire por lo menos a 4000 v/M durante 1 a 5 minutos. La emulsión obtenida es lechosa, permanece estable durante un tiempo variable en relación con la velocidad de hidrolisis del silicato utilizado.

30. La cantidad de la emulsión madre añadida al

283436

15 DIC



agua de la cuba está en relación con la cantidad de fibra tratada.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención sin limitarla.

5. EJEMPLO 1

Trátase un tejido de lana lavado y no teñido que pese 300 g/m². y de un peso total de 3 kg.

En una tina de tñido llena de 100 l. de agua o sea una relación de baño de 1 a 30, se añade 2% de ácido acético relativamente al peso del tejido o sean 60 cm³. y 10% de SO₄NA₂ o sea 300 g. A este baño se añade después una emulsión madre formada por 1000 cm³ de agua que contiene 1 g de "Resopano H.W." concentrado en los cuales se ha dispersado con ayuda de un tubo agitador 90 cm³ de silicato de butil-celosolve (3% en peso del tejido) que contiene en solución 1,66 % de H.E.O.D.

El baño tiene un pH inicial de 4 y una temperatura de 30°C. Se le calienta progresivamente haciendo pasar por él el tejido y se anota la temperatura del baño y su concentración residual en ingredientes activos en relación con el tiempo, indicándose estos valores en la tabla siguiente:

	Tiempo	Temperatura	pH	Concentración residual en ingredientes activos
	0	30 ^o	4	100 %
25.	5 mn	45 ^o	4,5	90 %
	10 mn	60 ^o	5	80 %
	20 mn	80 ^o	5	30 %
	30 mn	98 ^o	5	20 %
30.	60 mn	98 ^o	5,5	5 %

283436

15D



- 8 -

Al cabo de 60 minutos, se retira el tejido del baño y se seca entre 80 y 120°C. Su resistencia a la abrasión se determina con ayuda del aparato Ihommar gy por rozamiento contra algodón a 0,4 Kg/cm² de presión en comparación con el tejido no tratado.

5.

El tejido tratado resiste durante 2580 vueltas mientras que el tejido no tratado se perfora al cabo de 1120 vueltas.

10.

Asimismo se efectúa una comparación similar en lo que afecta a la resistencia a la polilla según la norma suiza ASN 95901. En el curso de este ensayo el tejido no tratado pierde 163 mg contra 2 mg solamente para el tejido que se ha tratado.

15.

La mejora en lo que afecta a la resistencia a la abrasión y a la resistencia a la polilla del tejido tratado queda así bien manifiesta.

EJEMPLO 2

20.

Se trata un tejido análogo al del ejemplo 1 en el mismo baño excepto que la emulsión madre se reemplaza por una emulsión madre preparada como sigue. Se dispersan con ayuda de un turbo-agitador 45 cm³ (1,5 % en peso de tejido) de silicato de etil-2-hexilo que contiene 5% de H.E.O.D., en un litro de agua conteniendo 0,1 g de Résopano HW concentrado.

25.

Las condiciones de tratamiento y los resultados obtenidos se resumen en la tabla que viene a continuación

283436

15 DIC



- 9 -

	Tiempo	Temperatura	pH	Concentración residual en ingredientes activos
	0	30 ^o	4,5	100 %
	5'	40 ^o	4,5	90 %
	10'	50 ^o	4,8	60 %
5.	15'	60 ^o	4,8	30 %
	20'	70 ^o	4,8	10 %
	25'	85 ^o	4,9	5 %
	30'	98 ^o	5	poco diferente de 0 %
	60'	98 ^o	5	" " "
10.	Resistencia a la abrasión . Lhomargy contra algodón 0,4kg/cm ²			
	no tratado	.	.	1120 vueltas
	tratado	.	.	7330 vueltas
15.	<u>Protección antipolilla:</u> Ensayo según la norma suiza ASN 95 901			
				Pérdida en peso
	no tratado			131 mg
20.	tratado			1 mg

EJEMPLO 3

Se trata hilo de lana en madejas para la fabricación de alfombras en una tina de tinte con circulación de baño, siendo la relación de baño de 1 a 15. Este baño contiene 1 % de ácido sulfúrico y 10% de sulfato de sodio relativamente al peso del hilo, así como los colorantes necesarios para llegar a la tonalidad

283436 1501



deseada.

En este baño se dispersa una emulsión de silicato de etil-2-hexilo conteniendo 1,66% de H.E.O.D. a razón de 3 % con relación a peso del hilo.

5. Las condiciones operatorias y los resultados obtenidos van resumidos en las tablas siguientes:

	Tiempo	Temperatura	pH	Concentración residual en ingredientes activos
10.	0	40°	3,5	100 %
	5'	50°	3,5	80 %
	10'	60°	4	40 %
	15'	80°	4	10 %
	20'	90°	4	agotamiento completo
	25'	98°	4	" "
15.	IH 30'	98°	4	" "

Abrasion Ihommargy - Abrasión Ondex / 0,050 g/cm²
Pérdida en peso en mg

	no tratado	tratado	
20.	500 vueltas	440	310
	1000 vueltas	845	370
	1500 vueltas	desgaste	425
	3000 vueltas	desgaste	535
	6500 vueltas	desgaste	858 - desgaste

25.

Ensayo antipolilla

1ª.- Ensayo según la norma suiza ASN 95 901

(larvas de *TINEOLA BISELLIELLA*)

Pérdida de peso en mg.

no tratado	(testigo)	121
30.	tratado	2,3

15 DIC 1961

283436



2º.- Ensayo según un proyecto de norma AFNOR

(larvas de ATTAGENUS PICEUS, CL)

Pérdida de peso en mg

	no tratado	68
	(testigo)	
5.	tratado.	2,3

Se sobrentiende que el invento no se limita a los modos de ejecución descritos que solo han sido dados a título de ejemplo.

N O T A

- 10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También
- 15. se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Francia con fecha 15 de diciembre de 1961, nº 882.154, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE FIBRAS QUERATINICAS CON OBJETO DE AUMENTAR SU RESISTENCIA AL DESGASTE Y A LOS INSECTOS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 25. 1ª.- Procedimiento para el tratamiento de fibras queratinicas con objeto de aumentar su resistencia al desgaste y a los insectos, caracterizado porque consiste en poner en contacto dichas fibras con un baño acuoso de pH lo más igual a 6,5 manteniendo una circulación relativa entre las fibras y el baño,
- 30.

283436



- 12 -

- comprendiendo este último en emulsión un silicato orgánico de fórmula $\text{Si} \left[\text{O}(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_n \text{R} \right]_4$, en la que n es igual a 0, 1 o 2 y R es un radical alifático lineal o ramificado, ciclánico o aromático que contiene de 1 a
5. 22 átomos de carbono, y disuelto en este silicato un insecticida orgánico clorado que sube sobre las fibras al mismo tiempo que el silicato.
- 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la relación en peso de las fi
10. bras tratadas en el baño está comprendida entre 1/10 y 1/30 alrededor.
- 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque el baño contiene de 1 a 5
15. % en peso de silicato orgánico y 0,01 a 0,25 % en peso de insecticida clorado relativamente al peso de las fibras.
- 4ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el baño se calienta progresivamente en el curso del
20. tratamiento de la temperatura ambiente en la proximidad de ebullición del baño.
- 5ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el pH ácido del baño se ajusta por medio de ácido acético, fórmico o sulfúrico.
25. 6ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes caracterizado porque el silicato orgánico es el silicato de etilo, de isobutilo, de etil-2-hexilo de nonilo o de butil-celolve.
30. 7ª.- Procedimiento según una cualquiera de

283436

- 13 -

15 DIC



las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el insecticida clorado es el hexa-cloro-epoxi-octahidro-dimetano-naftaleno (H.E.O.D.) el hexa-cloro-octahidro-dimetano-naftaleno, (H.O.D.N.), el hexa-clorociclohexano (H.C.H.), el clordano, el D.D.T., el metoxicloro, el D.D. D. o el D.F.D.T.

8ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el silicato orgánico que contiene en solución el insecticida clorado se emulsifica en agua con ayuda de un emulsificante para formar una emulsión-madre concentrada que se añade al agua en proporción deseada para dar el baño de tratamiento.

9ª.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las fibras tratadas se secan a 80-120°C.

10ª.- "Procedimiento para el tratamiento de fibras queratínicas con objeto de aumentar su resistencia al desgaste y a los insectos"; tal y como sustancialmente descrito.

Esta memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 DIC 1962

SOCIETE POUR LE TRAITEMENT
ET L'AMELIORATION DES TISSUS.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET