

416933



416933

P.- 54.924
(MS-P 302)

F.c. 24-6-75

MEMORIA DESCRIPTIVA

Int. Cl. ² 00619

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

A nombre de DOW CORNING LIMITED

entidad británica

establecida en 12 Whitehall, Londres SW1A 2DZ,
Inglaterra

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE FIBRAS
QUERATINOSAS"

(Clase Internacional D06m)

3-9-73

- 1 -

4 16933



Esta invención se refiere a un procedimiento para el tratamiento de fibras queratinosas.

Se ha propuesto reducir el encogimiento de la lana en el lavado por tratamiento con varios compuestos de organosilicio. Por ejemplo, en las Patentes de los EE. UU. Nos. 594.901, 613.267 y 629.329, se propone reducir la tendencia normal de la lana a encogerse tratando la lana con ciertos alcohol- o aril-silanos. En la Patente de los EE.UU. Nº 746.307, se describe un procedimiento para evitar el encogimiento de la lana tratando la lana con una composición que consta de un diorganopolisiloxano, en el que los sustituyentes orgánicos son alcohol, fenilo o alqueno, y un siloxano que contiene átomos de hidrógeno unidos al silicio.

Aunque los procedimientos conocidos confieren cierto grado de resistencia al encogimiento a los materiales textiles de lana, este efecto no ha sido resistente al lavado. Por consiguiente, ha existido la necesidad de un tratamiento que dé resistencia al encogimiento, que tenga mayor resistencia al lavado, y que dé a las fibras un tacto suave duradero.

Se ha descubierto ahora en la invención que las ventajas antedichas de duración de tacto y resistencia al encogimiento pueden conseguirse por tratamiento de fibras queratinosas con ciertas composiciones de siloxano.

416933



Según esta invención, se proporciona un procedimiento para el tratamiento de fibras queratinosas, que comprende aplicar a las mismas de 0,1 a 10% en peso, con respecto al peso de las fibras, de una composición que

5 comprende el producto obtenido mezclando (A) un polidiorganosiloxano que tiene radicales hidroxilo unidos a silicio terminal y un peso molecular de al menos 750, siendo al menos el 50 por ciento de los sustituyentes orgánicos en el polidiorganosiloxano radicales metilo, siendo cualquier otro sustituyente radicales de hidrocarburo monovalentes que tienen de 2 a 30 átomos de carbono, y (B) un organosilano de la fórmula general $RSiR'_nX_{3-n}$, donde R representa un radical monovalente compuesto de carbono, hidrógeno, nitrógeno y, opcionalmente, oxígeno, radical

10 que contiene al menos dos grupos amina y está unido al silicio a través de un enlace de silicio a carbono, R' representa un radical alcoholo o un radical arilo, cada X representa un radical alcoxi que tiene de 1 a 14 átomos de carbono, ambos inclusive, y n es 0 ó 1, y/o un

15 hidrolizado y condensado parcial de dicho organosilano, y después curar la composición aplicada.

La invención comprende también las fibras queratinosas tratadas por dicho procedimiento.

Los polidiorganosiloxanos (A) son polímeros de siloxano, lineales o sustancialmente lineales, que tienen:

25

416933

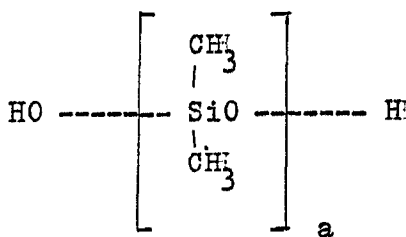


radicales hidroxilo unidos a silicio terminal. Estos polidiorganosiloxanos tienen aproximadamente dos, es decir de aproximadamente 1,9 a 2, radicales orgánicos por átomo de silicio, y los métodos de su preparación son muy conocidos en la técnica. Los polidiorganosiloxanos tienen que tener un peso molecular promedio de al menos 750, y preferiblemente de 20.000 a 90.000.

Al menos el 50 por ciento de los sustituyentes orgánicos unidos al silicio en el polidiorganosiloxano son metilo, siendo cualquier otro sustituyente un radical hidrocarbonado monovalente que tiene de 2 a 30 átomos de carbono, por ejemplo radicales alcoholo y cicloalcoholo, tal como radicales etilo, propilo, butilo, n-octilo, tetradecilo, octadecilo y ciclohexilo, radicales alqueno, por ejemplo vinilo y alilo, y radicales arilo, aralcoholo y alcarilo, por ejemplo fenilo, toluilo y bencilo. Una pequeña proporción de radicales hidroxilo pueden estar unidos a átomos de silicio no terminales en el polidiorganosiloxano. Sin embargo, estos radicales de hidroxilo no terminales no han de exceder, preferiblemente, de aproximadamente el 5% de los sustituyentes totales en el polidiorganosiloxano. Los polidiorganosiloxanos preferidos son los polidimetilsiloxanos, es decir los representados por la fórmula

25

416933



5

en los que a es un número entero que preferiblemente tiene un valor tal que el polidiorganosiloxano tiene una viscosidad de desde 100 a 50.000 cS a 25°C.

10

El componente (B) de las composiciones empleadas en el procedimiento de esta invención es un organosilano de la fórmula general $\text{RSiR}'_n\text{X}_{3-n}$, donde R, R', X y n son como se han definido anteriormente, o puede ser un hidrolizado y condensado parcial de dicho organosilano. Estos organosilanos son sustancias conocidas, y pueden ser preparados como se describe, por ejemplo, en las Patentes Británicas Nos. 858.445 y 1.017.257. En la fórmula general de los organosilanos, el radical R se compone de carbono, hidrógeno, nitrógeno, y, opcionalmente, oxígeno, y contiene al menos dos grupos amina (expresión que incluye las iminas). Está unido al silicio a través de un enlace de silicio a carbono, habiendo preferiblemente un puente de al menos 3 átomos de carbono que separa el átomo de silicio y al átomo o átomos de nitrógeno más próximos. También

15

20

25

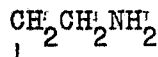
416933



es preferible que R contenga menos de 21 átomos de carbono, y cualquier átomo de oxígeno está presente en grupos carbonilo y/o éter. Ejemplos de sustituyentes R operativos son $-(CH_2)_3NHCH_2CH_2NH_2$, $-(CH_2)_4NHCH_2CH_2NHCH_2$,

5

$-CH_2 \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot NHCH_2CH_2NH_2$, $-(CH_2)_3NHCH_2CH_2NHCH_2CH_2NH_2$,



$-(CH_2)_3NHCH_2CH_2CH(CH_2)_3NH_2$ y

10

$(CH_2)_3NH(CH_2)_2NHCH_2CH_2COOCH_3$. Cada uno de los sustituyentes X puede ser un radical alcoxi que tiene de 1 a 14 átomos de carbono, y preferiblemente de 1 a 4 átomos de carbono. Los ejemplos de radicales X son el metoxi, isopropoxi, hexoxi y deciloxi. Cuando está presente, R' puede ser cualquier radical alcoholilo o arilo, preferiblemente con menos de 19 átomos de carbono, por ejemplo metilo, etilo, propilo, octilo o fenilo. Como componente (B) se prefieren los organosilanos que tienen la fórmula general

15

20

$RSiX_3$, donde R representa los radicales

$-(CH_2)_3NHCH_2CH_2NH_2$ ó $-CH_2CHCH_2CH_2NHCH_2CH_2NH_2$, y cada X representa los radicales metoxi o etoxi.

25

En la práctica de esta invención, el producto obtenido mezclando los componentes (A) y (B) se aplica a fibras queratinosas. Cuando los componentes (A) y (B) se

416933



mezclan uno con otro a temperaturas normales o elevadas, reaccionan, al menos parcialmente. Por lo tanto, el producto aplicado a las fibras comprenderá usualmente, al menos en parte, un producto de reacción de (A) y (B),
5 más que una simple mezcla de estos dos. La composición puede aplicarse a las fibras queratinosas usando cualquier técnica de aplicación adecuada, por ejemplo por impregnación con cilindro o por pulverización. El modo más conveniente es aplicar la composición en forma de
10 una dispersión o disolución en un vehículo líquido. Preferiblemente, las composiciones se aplican en forma de disolución en un disolvente orgánico. Los disolventes que pueden emplearse incluyen los hidrocarburos y los hidrocarburos clorados, por ejemplo tolueno, xileno,
15 trementina mineral y percloroetileno. Un método particularmente conveniente de tratar las fibras es por aplicación a partir de una disolución en un disolvente orgánico, empleando una máquina de limpieza en seco convencional. Cuando se desea la aplicación a partir de un
20 medio acuoso, se prefiere emplear, como componente (B), organosilanos en los que X contiene 3 ó más átomos de carbono, y hacer reaccionar parcialmente (B) con (A), o con tanto (A) como (C), antes de la emulsificación.

Las proporciones relativas de (A) y (B) empleadas
25 en la preparación de la mezcla pueden variar entre lí-

416933



mites bastante amplios. Preferiblemente se emplean de 0,5 a 15 partes en peso del silano (B) por 100 partes en peso de (A), pero pueden emplearse proporciones de (B) de más de 15 partes, por ejemplo hasta 50 partes o más.

5 Después de la aplicación de la composición, las fibras tratadas son secadas, y se cura la composición depositada. El secado y el curado pueden efectuarse por simple exposición de las fibras tratadas a temperaturas ambientales normales (aproximadamente 20°C) durante períodos de desde varias horas a varios días. Sin embargo, si se desea, esta operación puede acelerarse usando 10 temperaturas elevadas, por ejemplo de 60 a 140°C. Se cree que el curado es iniciado por trazas de agua. Bajo condiciones normales, la humedad presente en la atmósfera y/o en la composición aplicada es suficiente para este fin. Sin embargo, si es necesario, puede suplementarse el contenido de agua del medio ambiente de curado. 15

 Según un aspecto adicional de esta invención, se ha encontrado que el tiempo y/o la temperatura requeridos para curar la composición aplicada pueden reducirse de modo importante si se incorporan en la composición aplicada ciertos silanos o hidrolizados parciales de los mismos. Por lo tanto, en un método preferido de 20 realizar esta invención, la composición aplicada a las 25

416933



5 fibras tiene incorporado un tercer componente (C), que
es (i) un silano de la fórmula $R''_m SiZ_{4-m}$, donde R'' es
un átomo de hidrógeno o un radical hidrocarbonado mono-
valente, o un radical hidrocarbonado halogenado mono-
valente, Z es un radical alcoxi o alcoxi-alcoxi que
tiene de 1 a 4 átomos de carbono inclusive, y m es 0 ó
1, y/o (ii) un hidrolizado y condensado parcial de di-
cho silano. Las composiciones que comprende (A), (B)
y (C) son nuevas y están incluidas en el objeto de es-
ta invención.

10 En la fórmula general del silano (i) R'' puede ser
un átomo de hidrógeno o un radical hidrocarbonado mono-
valente, o un radical hidrocarbonado halogenado monova-
lente, por ejemplo alcohilo, tal como metilo, etilo,
15 propilo, butilo, hexilo, decilo, octadecilo; alquenilo,
por ejemplo vinilo o alilo; arilo, aralcohilo o alcari-
lo, por ejemplo fenilo, toluilo o bencilo; halogenoalco-
hilo, por ejemplo clorometilo, bromoetilo ó 3,3,3-tri-
fluoropropilo, y halogenoarilo, por ejemplo clorofenilo.
20 El radical Z puede ser, por ejemplo, metoxi, etoxi, pro-
poxi, o metoxi-etoxi. Preferiblemente, Z es metoxi o
etoxi, y R'' , cuando está presente, es metilo. Son ejem-
plos de los silanos (i) y sus productos de hidrólisis y
condensación parcial (ii) el metiltrimetoxisilano, etil-
25 trimetoxisilano, n-propiltri-etoxisilano, feniltri-etoxisilano

416933



lano, ortosilicato de tetraetilo, ortosilicato de n-butilo, polisilicato de etilo, y los siloxanos que contienen tanto radicales metilo como radicales metoxi unidos a átomos de silicio.

5 El mejor modo de incorporar el componente (C) en la composición es mezclarlo con los componentes (A) y (B) antes de la dispersión o disolución. La proporción de (C) empleada no es especialmente crítica. Preferiblemente, está presente en una proporción de desde 10 de 1 a 20 por ciento en peso, basada en el peso total de (A) y (B).

15 El uso del componente (C) acelera el curado de la composición aplicada, y permite obtener una mejora más consistente en la resistencia al encogimiento. El grado de ventaja obtenido varía un poco según la naturaleza de (C). Como indicación, no obstante, la presencia de metiltrimetoxisilano en la composición permite obtener importantes propiedades de resistencia al encogimiento al cabo de varios minutos de curado a aproximadamente 20 70°C, y por exposición a temperaturas ambientales normales durante un período de desde 4 a 24 horas.

25 El tiempo y/o la temperatura requeridos para curar la composición aplicada pueden reducirse también incorporando en la composición un catalizador de condensación de siloxano. Estos catalizadores pueden em-

416933



plearse en lugar del componente de silano (C), o además del mismo. Las sustancias que actúan como catalizadores de condensación de siloxanos son muy conocidas en la técnica. Son catalizadores particularmente adecuados, para uso en el procedimiento de la presente invención, los compuestos orgánicos de metales, por ejemplo los alcóxidos y quelatos de titanio, por ejemplo titanato de tetrabutilo, titanato de tetraisopropilo y di(etilacetoacetato) de di-isoproposititanio, y los carboxilatos de metales, por ejemplo el octoato estannoso, dilaurato de dibutilestaño, diacetato de dibutilestaño, y octoato de plomo. Los catalizadores se emplean en las proporciones catalíticas convencionales, normalmente de 0,1 a 5% en peso, con respecto a los pesos combinados de (A) y (B).

Sin embargo, el uso de catalizadores de condensación de siloxanos como se ha descrito anteriormente puede reducir de modo importante la vida útil (en el baño) de las composiciones. En general, por lo tanto, el uso del catalizador de condensación de siloxano es menos preferido que la incorporación del silano (C) como medio para acelerar el curado.

El procedimiento de esta invención encuentra aplicación en el tratamiento de fibras queratinosas, para dotar a estas fibras de resistencia al encogimiento por



416933

lavado, y también con un tacto suave duradero. Las fibras pueden tratarse en cualquier forma, por ejemplo en forma de filamentos, de telas tejidas o de punto, o de prendas ya terminadas. Pueden estar presentes como únicas fibras, o como mezclas con otros tipos de fibras. Si la consideración primordial es un tacto mejorado de las fibras tratadas, esto puede conseguirse depositando sobre la tela tan poco como 0,1% de su peso de la composición. Cuando se requiere un grado importante de resistencia al encogimiento, es más apropiado un nivel algo mayor de aplicación de la composición, por ejemplo desde aproximadamente 0,5 a 10%, y preferiblemente de 1 a 5%. El peso de composición aplicado a las fibras, como se ha dicho aquí, significa el peso de ingredientes activos, es decir (A) y (B), o (A), (B) y (C), depositados sobre las fibras.

Si se desea, las fibras tratadas pueden dotarse de un tacto más firme incluyendo en la composición aplicada un polímero de organosiloxano resinoso, por ejemplo un copolímero resinoso de grupos $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{0,5}$ y SiO_2 .

Los ejemplos siguientes, en los que las partes se expresan en peso, ilustran la invención. El condensado parcial de $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$, empleado en algunos de los ejemplos, fué preparado sometiendo a reflujo el silano con disolución acuosa de hidróxido de sodio (0,25% en peso:

416933



de NaOH) durante 3 horas. El condensado parcial fué después recuperado tras neutralización y eliminación de volátiles.

5 Ejemplo 1

Se preparó una composición mezclando Polidimetilsiloxano que tenía grupos $\equiv\text{SiOH}$ terminales y un peso molecular

	= 45.000 (3000 cS a 25°C)	90 partes
10	$(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$	5 partes
	$\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$	5 partes

Después se disolvieron tres partes en peso de la composición en 97 partes en peso de tolueno. Esta disolución se usó para tratar 3 muestras de tela de lana de Australia, de punto, 2,28s, con un factor de vello-
15 sidad de 1:1, por impregnación a un 100% de exprimido de la calandra. Después del tratamiento, las muestras se dejaron secar al aire durante 1 hora, y después se
20 colocaron en una estufa de circulación de aire a 120°C durante 5 minutos.

En cada una de las muestras tratadas se marcó un cuadrado de 20 cm de lado, empleando una plantilla, y las muestras fueron lavadas después en disolución de
25 tampón de fosfato al 1,25% en peso (pH 7), que conte-

416933

10



nía 1 g/litro de dioctilsulfosuccinato de sodio. La temperatura del agua de lavado era de 40°C, y el lavado se efectuó en una lavadora doméstica automática...

5 Al cabo de 5 minutos se interrumpió el lavado, y se midieron las dimensiones del cuadrado marcado, estando el material textil en estado húmedo. El lavado se continuó durante 6 horas, tiempo al cabo del cual se midió de nuevo el cuadrado marcado.

10 Después se calculó el encogimiento superficial por fieltramiento, según la fórmula:

$$\begin{aligned} \% \text{ de encogimiento superficial por fieltramiento (FS)} &= \\ &= \% \text{ de encogimiento en anchura (WS)} + \% \text{ de encogimiento} \\ &\text{en longitud (LS)} - \frac{WS \times LS}{100} \end{aligned}$$

15 El encogimiento en anchura y el encogimiento en longitud se determinaron según la fórmula:

$$\begin{aligned} \text{Encogimiento en anchura o en longitud} &= \\ &\text{dimensión al cabo de 5 minutos} - \\ &- \text{dimensión al cabo de 6 horas.} \end{aligned}$$

20 El valor promedio del tanto por ciento de encogimiento superficial por fieltramiento fué de 0,2% para las 3 muestras. El valor obtenido con muestras de control de lana no tratada fué de 72%.

25

416933



Ejemplo 2

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto en que las muestras de material textil eran de lana clo-
rada, y el lavado de las muestras se efectuó en una má-
5 quina International Cubex según la Especificación del
Secretariado Internacional de la Lana W.S.S. 128, Méto-
do de ensayo nº 185 (especificación de superlavado).

En este caso, el valor obtenido del encogimiento superficial por fieltramiento fué de 3,3%.

10

Ejemplo 3

Se prepararon cuatro composiciones, denominadas A a D, mezclando:

15 Polidimetilsiloxano como el empleado en el Ejemplo 1 x partes
 $X_3Si(CH_2)_3NHCH_2CH_2NH_2$ y partes
 Condensado parcial de $CH_3Si(OCH_3)_3$ z partes

Los valores de X_3 , x, y y z en las composiciones eran como sigue:

20

	X_3	x	y	z
A	$(OC_2H_5)_3$	86,2	12	1,8
B	$(On-C_4H_9)_3$	83,3	15	1,7
C	$(On-C_6H_{13})_3$	82,5	16	1,5
D	$(OCH_3)(On-C_8H_{17})_2$	82,5	16	1,5

25

416933



Después se disolvieron tres partes de cada una de las composiciones en 97 partes de percloroetileno, y las composiciones se emplearon para tratar muestras de material textil de punto de lana de Australia (2,28s, factor de ve
5 llosidad 1:1) por impregnación a 100% de exprimido de la calandra. Después del tratamiento, las muestras se dejaron secar y curar a 25°C durante 24 horas.

Una vez terminado el período de 24 horas de curado, se midieron las propiedades de resistencia al encogimien
10 to de las muestras de lana después del lavado, según el procedimiento empleado en el Ejemplo 2. En todos los casos, el encogimiento superficial por fieltramiento fue de menos de 10%.

15 Ejemplo 4

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto en que no se incluyó en la composición el componente de trimetoxisilano, y se empleó el aminosilano en una proporción de 10 partes por 90 partes de polidimetilsiloxa
20 no. En este caso, el curado de la composición aplicada fue efectuado exponiendo el material textil tratado a una temperatura de aproximadamente 25°C durante 4 días.

Se midió el encogimiento superficial por fieltramiento de los materiales textiles tratados, según el pro
25 cedimiento del Ejemplo 2, y se obtuvo un valor de 14%.

416933



Ejemplo 5

Se preparó una composición mezclando:

	Polidimetilsiloxano que tenía grupos	
	=SiOH terminales y un peso molecular	
5	= 60.000	88,2 partes
	$(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$	10 partes
	condensado parcial de $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)$	1,8 partes

Tres partes de la composición se disolvieron en per
 cloroetileno (97 partes), y la disolución se aplicó a
 10 muestras de género de punto de lana de Australia (2,28s
 factor de vellosidad 1:1) por impregnación a 100% de ex
 primido de la calandra. Las muestras fueron sometidas
 después al aire a 25°C durante 24 horas, y se midió el
 encogimiento superficial por fieltramiento después de la
 15 varlas según el Ejemplo 2. Se obtuvo un valor de 5%.

Ejemplo 6

Se prepararon tres composiciones según la formula-
 ción siguiente:

20	Polidimetilsiloxano del Ejemplo 1	88,2 partes
	$(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$	10 partes
	Silicato	1,8 partes

En cada una de las tres composiciones, el componen-
 te de silicato era, respectivamente, polisilicato de eti
 25 lo, ortosilicato de tetraetilo, y ortosilicato de tetra-

416933



-(n-propilo).

Se prepararon tres disoluciones disolviendo tres partes de cada una de las composiciones en percloroetileno (97 partes), y las composiciones se aplicaron después a género de punto de lana de Australia (2,28s, factor de vellosidad 1:1) por impregnación a 100% de exprimido de la calandra. Después de dejarlas secarse al aire durante 24 horas a 22°C, se midió el encogimiento superficial por fieltramiento de las muestras después de lavarlas, según el procedimiento del Ejemplo 2. En todos los casos, el encogimiento superficial por fieltramiento fué inferior al 10%.

Ejemplo 7

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que la composición fué preparada mezclando Polidimetilsiloxano como en el Ejemplo 1 95 partes
 $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ 5 partes
El período de lavado fué de 3 horas, y el curado se efectuó durante 30 minutos a 120°C. El encogimiento superficial por fieltramiento de las muestras tratadas, después del lavado, fué de 1%.

25

416933



Ejemplo 8

Se prepararon composiciones mezclando

Polidimetilsiloxano usado en el Ejemplo 1 88,2 partes

- 5 6 (a) $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NH}(\text{CH}_2)_6\text{NH}_2$,
- 6 (b) $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHCH}_2\text{CHCH}_3\text{NH}_2$
- 6 (c) $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}(\text{CH}_2)_3\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{COC}_4\text{H}_9$ 10 partes
- Condensado parcial de $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OCH}_3)$ 1,8 partes

10 Las composiciones fueron aplicadas a muestras de lana de Australia por impregnación en calandra a partir de disoluciones al 3% en percloroetileno. Las muestras fueron secadas después por exposición a la atmósfera ambiente (21°C) durante 4 horas. La medida del encogimiento

15 superficial por fieltreamiento, según el procedimiento del Ejemplo 2, dió un valor de 3,6% para la composición que contenía silano, (a), 1,3% para (b), y 14,1% para (c).

20 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, el día 15 de Julio de 1972, bajo el Número 33224/72, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25

416933



REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento para el tratamiento de fibras queratinosas, que comprende aplicar a las mismas desde 0,1 a 10% en peso, basado en el peso de las fibras, de una composición que comprende el producto obtenido mezclado (A) un polidiorganosiloxano que tiene radicales hidroxilo unidos a átomos terminales de silicio y un peso molecular de al menos 750, siendo radicales metilo al menos el 50 por ciento de los sustituyentes orgánicos en el polidiorganosiloxano, siendo cualquier otro sustituyente radicales hidrocarbonados monovalentes que tienen de 2 a 30 átomos de carbono, y (B) en organosilano de la fórmula general $RSiR'_nX_{3-n}$, donde R representa un radical monovalente compuesto de carbono, hidrógeno, nitrógeno, y, opcionalmente, oxígeno, radical que contiene al menos dos grupos amina y está unido al silicio a través de un enlace de silicio a carbono, R' representa un radical alcoholilo o un radical

15

20

25

1
3-9-73

- 20 -

416933



arilo, cada X representa un radical alcoxi que tiene de 1 a 14 átomos de carbono inclusive, y n es 0 ó 1, y/o un hidrolizado y condensado parcial de dicho organosilano, y después curar la composición aplicada.

5 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que cada X es un radical alcoxi que tiene de 1 a 4, inclusive, átomos de carbono.

10 3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª ó la reivindicación 2ª, en el que (B) es un organosilano que tiene la fórmula general $RSiX_3$, donde R representa el radical $-(CH_2)_3NHCH_2CH_2NH_2$, o el radical $-CH_2CH_2CH_2CH_2NHCH_2CH_2NH_2$, y cada X representa el radical metoxi o etoxi.

15 4ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que (B) se emplea en una proporción de desde 0,5 a 15 por ciento en peso, basado en el peso de (A).

20 5ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polidiorganosiloxano (A) es un polidimetilsiloxano que tiene una viscosidad en el intervalo de desde 100 a 50.000 cS a 25°C.

25 6ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición es aplicada en forma de disolución en un disolvente orgánico.

Be

416933



7^a.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que también se incorpora en la composición aplicada un componente (C) que es (i) un silano de la fórmula general $R^m SiZ_{4-m}$, donde R^m representa un átomo de hidrógeno o un radical hidrocarbónico o hidrocarbonado halogenado monovalentes que tiene de 1 a 18 átomos de carbono, Z es un radical alcoxi o alcoxialcoxi que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y m es 0 ó 1, y/o (ii) un hidrolizado y condensado parcial del silano (i).

8^a.- Un procedimiento según la reivindicación 7^a, en el que Z es metoxi o etoxi, y R^m , cuando está presente, es metilo.

9^a.- Un procedimiento según la reivindicación 7^a ó la reivindicación 8^a, en el que el silano (i) y/o el hidrolizado y condensado parcial (ii) es empleado en una proporción de desde 1 a 20 por ciento en peso, basado en el peso total de (A) y (B).

10^a.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la composición aplicada contiene también un catalizador de condensación de siloxano.

11^a.- "UN PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE FIBRAS QUERATINOSAS".

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede

3-9-73

416933



de, y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintitres hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid,
P.A.

10 SET. 1973

10

Alberto de Larrauri
Por Poder

15

20

25

3-9-73

MPB.-