

419679



419679

P.- 55.674

Sherman et al.
U.S. Serial No. 76.982
file 906.939
Div.

FE 20-1-76

D06M

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de MINNESOTA MINING AND MANUFACTURING COMPANY

entidad norteamericana

establecida en 3M Center, Saint Paul, Minnesota, Estados
Unidos de América.

por: "PERFECCIONAMIENTOS INTRODUCIDOS EN ALFOMBRAS DE
RESISTENCIA DURADERA A LA SUCIEDAD"
(Clase Internacional D06m)

23.11.73

- 1 -

419679



5 Esta invención se refiere en general al tratamiento de alfombras con componentes que contienen radicales alifáticos fluorados y con polímeros de adición derivados de monómeros exentos de flúor no vinílico, para darles propiedades de duración frente al tránsito o paso sobre ellas, de repulsión a las manchas y resistencia a la suciedad.

10 El tratamiento de diversos materiales textiles con compuestos químicos fluorados para darles impermeabilidad o repelencia al agua y al aceite, es conocido desde hace años por los expertos en la técnica. Por ejemplo, se han descrito varios compuestos químicos fluorados anteriormente para su uso en materiales textiles hechos sólo de fibras naturales, tales como lana, algodón, seda, etc, y también para uso con materiales textiles hechos de fibras naturales sólo o en combinación con ciertas fibras sintéticas, por ej. nylon, poliéster y rayón. También se han usado frecuentemente diversos compuestos químicos fluorados en unión de resinas resistentes a las arrugas, modificadores del tacto, materiales impermeabilizantes al agua y otros similares, para mejorar el rendimiento del tejido o material textil.

25 Sin embargo, el tratamiento con estos compuestos químicos fluorados no ha sido útil, o práctico, para todos los usos, y ha sido especialmente difícil de poner

419679



5 en práctica para tratar fibras y materiales textiles
que están sometidos a una abrasión intensa durante su
uso. Por ejemplo, el tratamiento de ciertos tipos de
fibras, tales como las de poli(tereftalato de etileno),
con un compuesto químico fluorado no es a menudo facti-
ble porque la superficie de la fibra no es receptiva
de modo duradero para estos compuestos fluorados. Así,
el compuesto químico fluorado puede ser desprendido
frecuentemente con facilidad por abrasión, lavado, lim-
pieza en seco, etc. Además, el tratamiento convencio-
10 nal con compuestos fluorados de fibras y materiales tex-
tiles de pelo para su uso en alfombras ha sido muy poco
práctico, a causa de la intensa abrasión a la que están
sometidos estas fibras y materiales textiles de pelo,
perdiéndose al cabo de muy poco tiempo la capacidad pa-
15 ra resistir la suciedad y las manchas.

Otros han propuesto, por ejemplo en las Paten-
tes de los EE.UU. Nos. 3.068.187; 3.256.230; 3.256.231;
3.277.039 y 3.503.915, mezclar polímeros fluorados con
20 polímeros no fluorados, para obtener una mezcla (en una
disolución o dispersión en agua o disolvente) que dé bue-
na repelencia al agua y al aceite a los materiales tex-
tiles, al papel y al cuero. Como se describe en esas re-
ferencias, mezclando un polímero no fluorado, relativa-
25 mente barato, con un polímero que contiene compuestos

419679



5 alifáticos fluorados, se puede obtener una mezcla relativamente barata de tratamiento de materiales textiles o fibras, que da al sustrato impermeabilidad o repelencia al agua y al aceite. Por razones económicas, en estas patentes se sugiere usar sólo una proporción pequeña del polímero fluoroalifático en la mezcla, es decir, el polímero no fluorado es fundamentalmente un diluyente en la mezcla.

10 En general, otros han hecho intentos con tratamientos a base de compuestos químicos fluorados para aumentar la resistencia en seco de los sustratos a la suciedad, pero estos tratamientos no son resistentes a una abrasión intensa. Asimismo, los tratamientos, que otros han propuesto, que resisten a la abrasión, tienden a ser
15 receptivos a la suciedad en seco en condiciones de alta carga de compresión. Como resultado, todos los tratamientos de la técnica anterior satisfactorios para materiales textiles para prendas de vestir y para tapicería no han podido dar resistencia o duración frente al uso, o
20 tránsito, ni resistencia a la suciedad, particularmente a la suciedad en seco, a los felpudos y alfombras.

25 La presente invención tiene como objetivo, y proporciona, nuevas alfombras resistentes a la suciedad, y nuevas composiciones y procedimientos para el tratamiento de alfombras con compuestos químicos fluorados, par-



5 ticularmente de alfombras de pelo, para dar a las mismas propiedades duraderas de repulsión de las manchas y resistencia a la suciedad. El tratamiento con el compuesto químico fluorado es útil para diversos tipos de alfombras, como por ejemplo las que tienen fibras de poliéster, poliolefinas, nylon, acrílicas, acrílicas modificadas, lana, algodón, y sus mezclas.

10 Según la invención, se proporciona una alfombra tratada que comprende una multiplicidad de fibras resistentes a la suciedad, que comprende fibras orgánicas que contienen sobre sí un recubrimiento normalmente sólido que comprende (a) al menos una fase que comprende un polímero de adición insoluble en agua, derivado de un monómero polimerizable etilénicamente insaturado exento de flúor no vinílico, teniendo el polímero al menos una
15 temperatura de transición principal superior a aproximadamente 45°, y un parámetro de solubilidad de al menos aproximadamente 8,5 (polímero al que en adelante se denominará "polímero de adición" por brevedad), y (b) al menos una
20 fase que comprende un componente fluorado insoluble en agua que contiene un radical fluoralifático de al menos 3 átomos de carbono, y al menos una temperatura de transición principal superior a aproximadamente 45°; y siendo al menos una de dichas fases una fase continua.

25 La invención proporciona también nuevas composi-



419679

5 ciones para el tratamiento de alfombras, para dar a
las mismas propiedades de resistencia o duración fren-
te al uso o tránsito sobre ellas, resistencia a la su-
ciedad y repelencia para las manchas. Las composicio-
nes comprenden al menos 0,1% de sólidos en un medio lí-
quido, comprendiendo los sólidos un polímero de adición
insoluble en agua derivado de un monómero polimerizable
etilénicamente insaturado exento de flúor no vinílico,
y un componente fluorado insoluble en agua, es decir un
10 compuesto o polímero, que contiene un radical fluoroali-
fático de al menos 3 átomos de carbono. Ambos componen-
tes, el polímero de adición y el fluorado, tienen al me-
nos una temperatura de transición principal superior a
aproximadamente 45°C. La proporción de componente fluora-
do a polímero de adición se encuentra preferiblemente, en
15 general, entre 1:10 y 10:1.

En general, la concentración preferida de po-
límeros en la composición es de aproximadamente 1-25%
de sólidos, aunque puede ser útil una concentración mu-
cho más alta, por ej. de 50% o más, lo que depende del
20 método usado para tratar las fibras o materiales texti-
les. En una de las realizaciones más preferidas, las com-
posiciones están sustancialmente exentas (es decir con
menos de 10 por ciento en peso) de polímeros que no tie-
nen una temperatura de transición principal superior a
25

419679



aproximadamente 45° (por ej. cauchos de poliisobutileno, polibutadieno y etilenpropileno).

De modo más específico, el polímero de adición se caracteriza por ser normalmente no similar al caucho (o vulcanizable a un estado no elastomérico o similar al caucho), no adherente, normalmente sólido, insoluble en agua, y preferiblemente exento de insaturación etilénica o acetilénica. La insolubilidad en agua se requiere para dar resistencia a las operaciones normales de limpieza, tales como el tratamiento con champú. Para que sea resistente a la suciedad bajo un alto esfuerzo o carga de compresión, y especialmente a la suciedad en partículas, el polímero de adición ha de tener al menos una temperatura de transición principal superior a aproximadamente 45°, que es un punto de fusión o transición vítrea al que el polímero se hace mucho más blando a medida que se aumenta la temperatura. Las temperaturas de transición son, de modo característico, temperatura de transición vítrea (T_g) o puntos de fusión cristalina (T_m), tales como las que se detectan usualmente por DTA (Análisis térmico diferencial) o análisis termomecánico (TMA). Aunque los materiales adecuados pueden tener, por ejemplo, transiciones vítreas a temperaturas relativamente bajas tales como -25°C a 0°C, el polímero ha de tener al menos un punto de transición principal superior a aproximadamente 45°C.

23.11.73

419679



Los polímeros de adición pueden prepararse a partir de monómeros adecuados, tales como fluoruro de vinilo, fluoruro de vinilideno, cloruro de vinilo, cloruro de vinilideno, estireno, alfa-metilestireno, metacrilatos de alcohol inferior, y acrilato y metacrilato de glicidilo. Estos monómeros pueden polimerizarse o copolimerizarse entre sí, o con cantidades pequeñas, por ej. 0,5 a 45%, de monómeros adicionales, para proporcionar o mejorar propiedades físicas o químicas particulares que se deseen, por ejemplo flexibilidad, duración, conductividad superficial, etc. Son ejemplos de estos monómeros adicionales acetato de vinilo, vinyl-piridina, acrilatos o metacrilatos de alcohol, acrilatos y metacrilatos de hidroxialcoholes inferiores, acrilamida y metacrilamida, N-metilol-acrilamida, ácido itacónico y anhídrido maleico. Las proporciones usadas de estos monómeros adicionales no han de ser tan grandes, naturalmente, que den solubilidad en agua al polímero de adición. Asimismo, al menos una temperatura de transición principal o de primer orden del polímero de adición ha de permanecer por encima de aproximadamente 45°C. La polimerización puede efectuarse en sistemas en masa, disolución, suspensión o emulsión, por medio de cualquiera de los agentes usuales de polimerización, tales como radiación gamma, radiación actínica, peróxidos inorgánicos



419679

u orgánicos, azobisalcoholnitrilos, agentes aniónicos o catiónicos, y similares.

5 El componente fluorado que es polímero, es un polímero de adición o de condensación, incluyendo los copolímeros, obtenido polimerizando, bien sólo o en conjunción con monómeros compatibles exentos de radicales fluoroalifáticos, uno o más monómeros de la fórmula R_fP , donde R_f es un radical alifático fluorado y P es un grupo polimerizable. Preferiblemente, P es un res-
10 to etilénicamente insaturado polimerizable, o copolimerizable, por iniciación con radicales libres, irradiación por electrones, iniciación iónica, o similar. R_fP puede ser también un ácido dicarboxílico, glicol, diamina, hidroxiamina, etc, que contiene un radical alifático
15 fluorado, copolimerizable con un diisocianato, glicol, halogenuro de diacilo, etc. Los copolímeros fluorados pueden ser al azar, alternantes, o segmentados.

En general, estos polímeros, así como otros compuestos fluorados usados en la invención, han de con-
20 tener al menos 25 por ciento en peso de flúor en forma de radicales alifáticos fluorados. Se prefiere generalmente un peso molecular de al menos aproximadamente 20.000 para que los polímeros y copolímeros proporcionen características duraderas superficiales duraderas de ausencia
25 de adherencia, aunque son útiles los polímeros cristali-

419679



nos con pesos moleculares tan bajos como 3.000, y también son componentes fluorados útiles en la invención los compuestos que contiene radicales alifáticos fluorados de peso molecular sustancialmente inferior, tales como los descritos por Guenther y Lazerte, Patente de los EE.UU. Nº 3.398.182 y Patente de los EE.UU. Nº 3.484.281. Los criterios importantes del componente fluoroalifático son los del contenido de flúor y del punto de transición.

10 El radical alifático fluorado R_f es un radical alifático fluorado, preferiblemente saturado, monovalente, no aromático, de al menos tres átomos de carbono. La cadena puede ser recta, ramificada, o, si es suficientemente grande, cíclica, y puede estar interrumpida por átomos de oxígeno divalente o átomos de nitrógeno trivalente unidos sólo a átomos de carbono. Se prefiere un grupo completamente fluorado, pero puede haber presentes átomos de hidrógeno o cloro, como sustituyentes, en el radical alifático fluorado, siempre que no haya presente en el radical más de un átomo de cualquiera de ellos por cada dos átomos de carbono, y que el radical contenga al menos un grupo terminal de perfluorometilo. La expresión "terminal" en el caso de un polímero se refiere a la posición, en el esqueleto de la cadena, del radical más alejado de la cadena fundamental. Prefe-

15

20

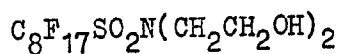
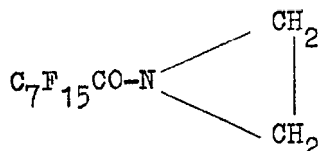
25



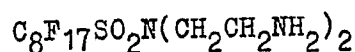
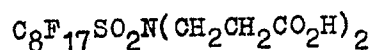
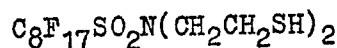
riblemente, el radical alifático fluorado contiene no más de 20 átomos de carbono, porque un radical tan largo causa un uso ineficaz del contenido de flúor.

Reactivos R_fP representativos incluyen

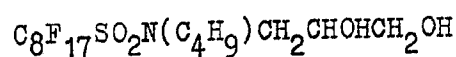
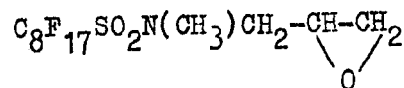
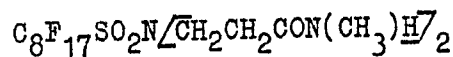
5



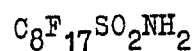
10



15



20



También son adecuados los miembros de cada serie en los que el grupo fluorado es desde C_3F_7 hasta aproximadamente $C_{20}F_{41}$, sin necesidad de citar a cada uno.

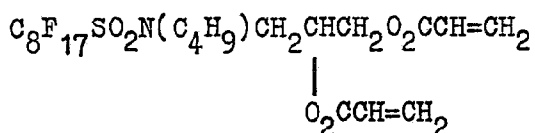
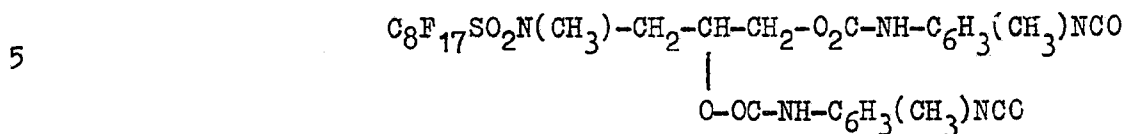
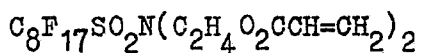
25

Los materiales anteriores pueden modificarse,

419679



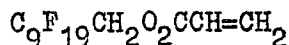
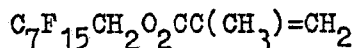
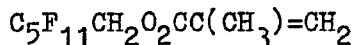
por ejemplo, convirtiendo el diol en el diisocianato o en el diacrilato, como se muestra a continuación:



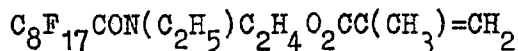
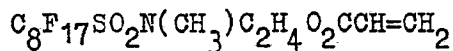
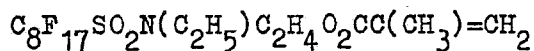
10

Los materiales etilénicamente insaturados adecuados para proporcionar unidades estructurales que contienen radicales alifáticos fluorados por mecanismos de polimerización por radicales libres y por procedimientos catiónicos y aniónicos, incluyen

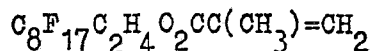
15



20

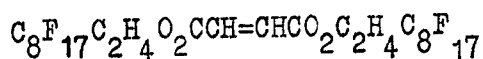
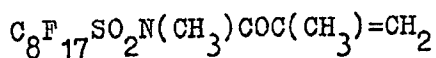


25



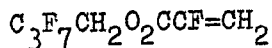
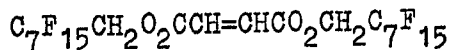
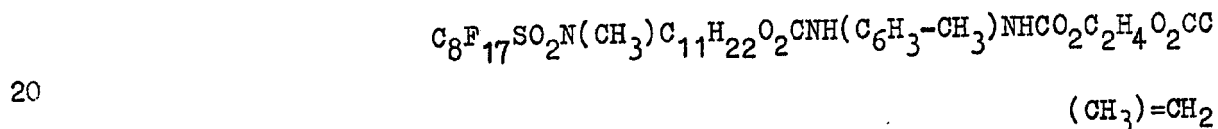
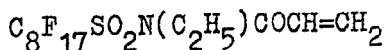
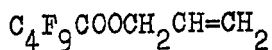
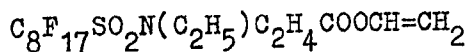
23.11.73

419679



5 Estos monómeros pueden polimerizarse o copo-
limerizarse entre sí o con cantidades pequeñas, por
ej. 0,5 a 45%, de monómeros adicionales, incluyendo mo-
nómeros no fluorados, para dar o mejorar propiedades
físicas o químicas particulares deseadas, siempre que
al menos una temperatura de transición principal del
10 polímero permanezca por encima de aproximadamente 45°C.

Ejemplos representativos de otros monómeros
fluorados que pueden usarse incluyen:

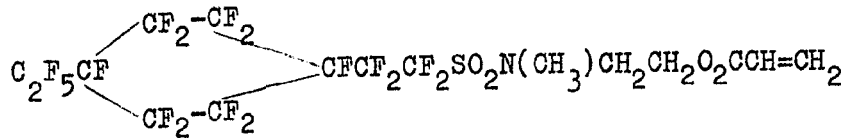


419679

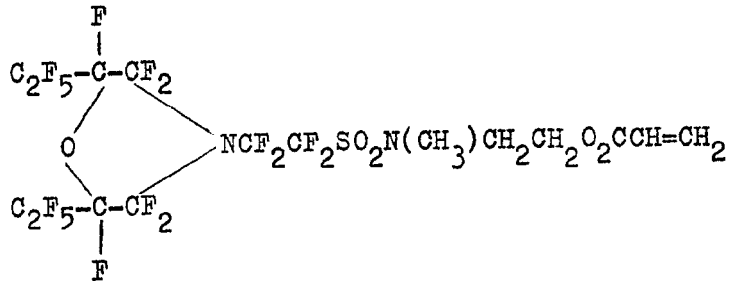


- 5
- $(C_3F_7)_3CCH_2O_2CCH=CH_2$
- $C_8F_{17}(CH_2)_3O_2CCH=CH_2$
- $C_6F_{17}COCH_2CH_2CH_2O_2CCH=CH_2$
- $C_8F_{17}(CH_2)_{11}O_2CC(CH_3)=CH_2$
- $C_8F_{17}SO_2CH_2CH_2O_2CCH=CH_2$
- $C_8F_{17}SOCH_2CH_2O_2CCH=CH_2$
- 10
- $C_8F_{17}CON(C_2H_5)(CH_2)_2O_2CC(CH_3)=CH_2$
- $C_{12}F_{25}SO_2NH(CH_2)_{11}O_2CC(CH_3)=CH_2$
- $C_{12}F_{25}SO_2C_6H_4CH=CH_2$
- 15
- $C_8F_{17}SO_2N(CH_3)CH_2CH_2CH_2OCH=CH_2$
- $CF_3C(CF_2H)F(CF_2)_{10}CH_2O_2CCH=CH_2$
- $CF_3C(CF_2Cl)F(CF_2)_{10}(CH_2)_2O_2CCH=CH_2$
- $C_8F_{17}SO_2N(CH_3)CH_2O_2CC(CH_3)=CH_2$
- 20
- $C_2F_5(OCF_2CF_2)_3OCF_2CF_2CON(CH_3)CH_2CH_2O_2CCH=CH_2$
- $(C_4F_9CO)_2NCH_2CH_2O_2CC(CH_3)=CH_2$
- $C_8F_{17}SO_2N(CH_3)CH_2-CO-CH=CH_2$
- 25
- $$\begin{array}{c}
 \text{CF}_2-\text{CF}_2 \\
 \diagup \quad \diagdown \\
 C_2F_5CF \\
 \diagdown \quad \diagup \\
 \text{CF}_2-\text{CF}_2
 \end{array}
 NCF_2CF_2CON(CH_3)CH_2CH_2O_2CCH=CH_2$$

23.11.73



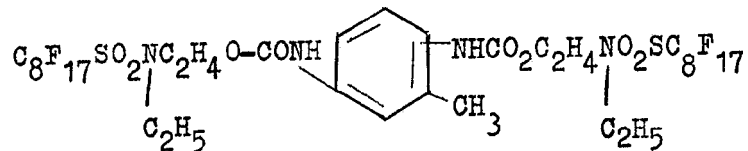
5



10

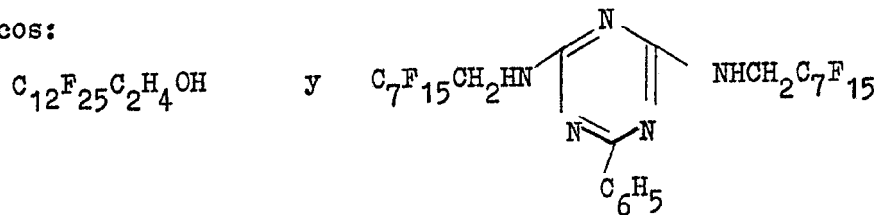
Los compuestos fluorados que se emplean incluyen, como ejemplos particulares, los uretanos que contienen un grupo fluoroalifático, tal como los descritos en la Patente de los EE.UU. Nº 3.484.281, que tienen puntos de fusión superiores a 45°C, y usualmente hasta 250°C, tales como

15



20

Son ilustrativos de otros compuestos fluoroalifáticos:



25

Se ha comprobado que tanto el polímero de adi-

419679



ción como el componente fluorado han de ser no adherentes y no cauchoide, para evitar que la suciedad, especialmente la suciedad en partículas, llegue a incrustarse en el recubrimiento formado por estos polímeros.

5 Se observará que todos los compuestos fluorados, tal como se usan en la invención, tienen también estas características. Aunque pueden usarse polímeros fluorados y de adición altamente reticulados, en general son demasiado rígidos para los recubrimientos superficiales

10 duraderos, pero pueden ser deseables grados bajos de reticulación para aumentar la dureza y disminuir la solubilidad. Estas reticulaciones pueden estar presentes en el polímero antes de su aplicación a la fibra o material textil, o pueden inducirse después por medios conocidos

15 de reacción química, tratamiento térmico, o radiación. Además, se ha comprobado que el compuesto o polímero fluorado y el polímero de adición son suficientemente inmiscibles o incompatibles uno con otro para que se formen siempre dos fases cuando estos polímeros se aplican a un

20 sustrato. Una de las fases comprende el componente fluorado y la otra fase comprende el polímero de adición. Además, al menos una de las fases es una fase continua. Sin ligarse a ninguna teoría particular, se cree que un recubrimiento, por ej. sobre una fibra, que comprende el

25 componente fluorado y el polímero de adición, puede con-

419679



tener, por ejemplo, una fase continua del componente fluorado, mientras que el polímero de adición es una fase discontinua de partículas dispersadas en toda la masa de la fase continua. Se cree también que la fase continua puede comprender el polímero de adición, mientras que el componente fluorado es una fase discontinua de partículas dispersadas en la masa de la fase continua. Los inventores de la presente invención creen también que puede haber dos fases continuas, en las que el polímero de adición forma una película sobre el sustrato, por ejemplo una fibra, mientras que el polímero o compuesto fluorado forma una película sobre la superficie de la película de polímero de adición, o bien los dos pueden formar retículos entrecruzados.

La invención será ilustrada además por medio de los ejemplos siguientes, en los que todas las partes y tantos por ciento son en peso, a no ser que se indique otra cosa.

Ejemplo I

Se preparó un polímero de adición adecuado, útil según la invención, de 90:7:3 de cloruro de vinilideno:acrilato de metilo:ácido itacónico, en una caldera o cuba revestida interiormente de vidrio, equipada para hacer el vacío, calentar, enfriar y agitar. Una vez añadidas a la cuba 180 partes de agua desionizada,



419679

se purgó de oxígeno, reduciendo la presión a aproximadamente 25 mm. Hg, con agitación, y, alternativamente, poniendo de nuevo una presión de 750 mm Hg con nitrógeno. Se añadieron a la cuba, con agitación, 2 partes de emulsionante de dodecilbencenosulfonato de sodio, y se continuó el mezclado durante 30 minutos. Después se añadieron 3 partes de ácido itacónico, 1 parte de PO_4HNa_2 , 0,06 partes de SO_3HNa , 0,15 partes de $\text{S}_2\text{O}_8(\text{NH}_4)_2$, y la mezcla de la cuba se calentó, con agitación, a 35-40°C.

Después se añadieron 90 partes de cloruro de vinilideno durante un período de 10 minutos, y después se añadieron 7 partes de acrilato de metilo durante un período de 30 minutos. Al cabo de 10 horas de agitación a 35-40°C, se añadió una disolución de 0,2 partes de emulsionante, 0,12 partes de SO_3HNa y 0,30 partes de $\text{S}_2\text{O}_8(\text{NH}_4)_2$ en 5 partes de agua desionizada y desoxigenada. La agitación y el calentamiento a 35-40°C se continuaron durante 4 horas. El contenido de la cuba se enfrió después a 30°C, y se hizo pasar a través de un filtro de 30 micras. El análisis indicó un rendimiento de 93% de polímero en emulsión que tenía una T_m de 130°C.

Ejemplo II

Se preparó un polímero fluorado adecuado, útil según la invención, a partir de un monómero que contenía un radical fluoroalifático, de la fórmula

419679



$C_8F_{17}SO_2N(CH_3)-C_2H_4O_2CCH=CH_2$ (90 partes) y acrilato de butilo (10 partes).

5 En un matraz de reacción de vidrio, de tres bocas, equipado con agitador, termómetro y condensador, se introdujeron 90 partes del monómero que contenía radical fluoroalifático, 10 partes de acrilato de butilo, 230 partes de metil-isobutil-cetona y 2 partes de peróxido de benzoílo. Después, el contenido del matraz se calentó, con agitación, a 85°C durante 16 horas, al ca-
10 bo de las cuales se obtuvo el polímero fluorado.

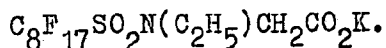
Después se preparó una emulsión usando 330 partes de la disolución de polímero fluorado (del anterior matraz de reacción), 345 partes de agua desionizada, y 5 partes de emulsionante, $(C_8F_{17}SO_2NHC_3H_6N^+(CH_3)_3Cl^-)$,
15 según el siguiente procedimiento. El emulsionante (2,5 partes) se añadió al agua, y una cantidad similar de emulsionante se añadió a la disolución de polímero. El agua y la disolución de polímero se calentaron después a aproximadamente 80°C, después de lo cual el agua se añadió a
20 la disolución de polímero con una agitación de alta cizalla. La mezcla resultante se homogeneizó después para formar una emulsión relativamente estable.

A causa de la presencia del emulsionante catiónico en la emulsión así preparada, ésta se carga catiónicamente. No obstante, también es posible proporcionar emul-
25

419679



siones similares que estén cargadas de modo opuesto, simplemente usando un emulsionante aniónico, por ej.



5 Además de la polimerización en disolución de los polímeros fluorados, es posible obtener estos polímeros por polimerización en emulsión.

10 El procedimiento de tratar alfombras para hacerlas resistentes a la suciedad y repelentes a las manchas comprende recubrir estos materiales con las composiciones de la invención, para efectuar una absorción en seco de entre 0,04 y 25% de sólidos totales con respecto al peso del pelo del haz de la alfombra, siendo equivalente esta absorción a al menos aproximadamente 0,03% (y preferiblemente en el intervalo de 0,03-10%) del polímero fluorado con respecto al peso del pelo del haz, y calentar después los polímeros retenidos a 60-175°C durante aproximadamente 1 a 20 minutos.

15 El polímero fluorado y el polímero de adición pueden mezclarse o en agua o en un medio disolvente (preferiéndose el agua), y se usan generalmente en dispersión a bajo tanto por ciento de sólidos, por ej 0,5-10%, al tratar las alfombras. La proporción entre polímero fluorado y polímero de adición puede variar entre 1:10 y 10:1.

25 Las alfombras tratadas con las nuevas composi-

419679



5 ciones tienen sobre sí un recubrimiento de larga duración, resistente a la suciedad y a las manchas, que permanece efectivo incluso después de varios lavados o limpiezas en seco, y que resisten una abrasión fuerte. Este resultado no ha sido posible hasta ahora con el tratamiento convencional.

10 También se pueden conseguir resultados similares recubriendo primero la alfombra con una dispersión o disolución del polímero de adición, y recubriéndola después sustancialmente con una disolución o dispersión del polímero fluorado. Esta aplicación de polímeros en dos etapas da a la alfombra una impermeabilidad al aceite y una resistencia a la suciedad similares a las que da la aplicación simultánea de polímeros similares.

15 Las ventajas de tratar alfombras con composiciones de la invención se ilustran más particularmente por medio de los ejemplos siguientes.

20 En todos los ejemplos, las alfombras tratadas se sometieron inicialmente a ensayo de resistencia al aceite usando el Ensayo de Resistencia a Hidrocarburos (AATCC 118-1966T) y se sometieron también a un ensayo AQ. El ensayo AQ comprende colocar una gota de agua:iso propanol 80:20 sobre la alfombra de ensayo, y observar
25 si la gota es absorbida por la alfombra. Si la gota es

419679



absorbida, se da al tratamiento de la alfombra una calificación de "fallo". Después de estos ensayos iniciales, todas las alfombras tratadas se sometieron a un ensayo de Paso o Tránsito por encima (AATCC 122-1967T) para evaluar el tratamiento.

5

Ejemplo III

Para comparar la resistencia (a la suciedad) de alfombras tratadas con una composición de la invención y alfombras tratadas sólo con un polímero fluorado, varias alfombras de fibras de poliéster sin teñir, de pelo rizado, de 1020 g. de pelo/m², se trataron, a una absorción de 25% en peso de material húmedo, con una dispersión en agua que contenía sólo un polímero fluorado, mientras varias alfombras similares se trataron, a una absorción de 25% en húmedo, con una composición de esta invención. Las alfombras y las composiciones de tratamiento se identificaron como sigue:

10

15

Lote 1 - Alfombras de control (sin tratar)

Lote 2 - Alfombras tratadas con una dispersión en agua de 1,6% de sólidos que comprendía el polímero fluorado del Ejemplo II.

20

Lote 3 - Alfombras tratadas con una dispersión en agua de 2,0% de sólidos que comprendía (a) el polímero fluorado (1,6% de

25

419679



5 sólidos) del Ejemplo II y (b) un co-
polímero de cloruro de vinilideno
(0,4% de sólidos) vendido con la mar-
ca de fábrica de E-216 (Rohm y Haas),
con una temperatura de fusión crista-
lina (T_m) de 130°C, un parámetro de
solubilidad de al menos 8,5, y que era
en los demás aspectos muy similar al
polímero de adición preparado en el
10 Ejemplo I.

Los lotes 2 y 3 se trataron, respectivamente,
por rociado desde la parte superior, secado a 70°C y
presión atmosférica durante 15 minutos para extraer el
agua, y posterior calentamiento a 150°C durante 4 mi-
15 nutos.

Los ensayos iniciales de repelencia al aceite
indicaron que las alfombras del Lote 3 eran superiores
a las del Lote 2, que a su vez eran superiores a las del
lote 1. Las alfombras de los Lotes 2 y 3 pasaron al en-
20 sayo AQ, mientras que las del Lote 1 fallaron.

Todas las alfombras se sometieron después al
Ensayo de Tránsito por encima durante 30.000 pisadas.
Se observó que las alfombras del Lote 3 estaban visible-
mente más limpias que las alfombras del Lote 2, que a su
25 vez estaban más limpias que las alfombras del Lote 1. To-

419679



5 das las alfombras se limpiaron después con un champú comercial para felpudos ("Glory", un producto de marca de S. C. Johnson, Inc.) y después se sometieron a otro ensayo de Tránsito o pisada de 15.000 pisadas, después del cual las alfombras se observaron visualmente de nuevo para determinación de captación de suciedad.

La calificación visual de las alfombras sigue una escala de calificación relativa comprendida entre -8 y +8, según el sistema siguiente:

10	<u>Calificación</u>	<u>Significado</u>
	-8	La alfombra está completamente negra por la suciedad; carece de resistencia a la suciedad.
15	0	Representa la cantidad de suciedad retenida durante el ensayo por una alfombra de control (es decir, no tratada); casi sin resistencia a la suciedad.
20	+2	Representa una resistencia regular a la suciedad.
	+4	Representa buena resistencia a la suciedad
25	+6	Representa una excelente resistencia a la suciedad.

419679



+8

Representa una alfombra completamente libre de suciedad.

Los resultados de la calificación visual de las alfombras de los Lotes 1, 2 y 3 se resumen en la Tabla I.

5

Tabla I

Calificaciones visuales.

Lote	30.000 pisadas	30.000 pisadas + champú + 15.000 pisadas
1	0	0
2	+3	+2
3	+6	+4

10

Se obtienen resultados similares cuando la alfombra se trata primero con una disolución o dispersión del polímero de adición y después se trata con una disolución o dispersión del polímero fluorado. También se obtiene resultados similares cuando la proporción de polímero fluorado a polímero de adición es más alta, o más baja, que la usada en el Ejemplo III.

15

Ejemplo IV

Se prepararon varias composiciones de tratamiento para tratar alfombras de fibra acrílica. El polímero de adición usado en cada una de las composiciones de este ejemplo es el mismo polímero comercial de adición empleado en la composición para tratar el Lote 3 de alfom-

25

419679



5 bras del Ejemplo III. Los polímeros fluorados usados en las composiciones del presente ejemplo son polímeros fluorados preparados según el Ejemplo II, y usando los mismos monómeros en proporciones variables, pero empleando $C_8F_{17}SO_2N(C_2H_5)CH_2CO_2K$ como emulsionante. Como se muestra en la Tabla II, la temperatura de transición térmica principal del polímero fluorado resultante disminuye de modo correspondiente aumentando la proporción de acrilato de butilo en el polímero.

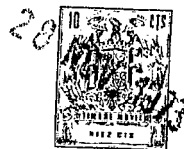
10 Cada una de las composiciones preparadas se aplicó a alfombras de fibra acrílica, usando un rociado desde la parte superior, para dar una absorción de material húmedo de 25% del peso del pelo del haz. Las alfombras tratadas se secaron después durante 15 minutos a 70°C y presión atmosférica, y después fueron curadas durante 4 minutos a 130°C.

15 Los resultados de los ensayos, tanto inicialmente como después de 7.000 pisadas, se recogen en la Tabla II.

20 Ejemplo V

Se preparó una serie de composiciones para tratar alfombras, empleando los polímeros fluorados del Ejemplo IV ($T_m = 78^\circ C$) que contenían 10% de acrilato de butilo, y una diversidad de polímeros de adición. Además, algunas alfombras se trataron en serie primero con

419679



un polímero de adición, se secaron y curaron, y después se trataron con el polímero fluorado, se secaron y se curaron.

5 En el tratamiento en secuencia, el polímero de adición se secó durante 15 minutos a 70°C y después se curó durante 4 minutos a 100°C. El polímero fluorado fué secado de modo similar, y después se curó durante 4 minutos a 130°C. En la aplicación simultánea de polí-
10 meros, la alfombra fué secada durante 15 minutos a 70°C y curada a 130°C durante 4 minutos.

Los datos se resumen en la Tabla III; la composición de tratamiento contenía 1,6% de polímero fluorado.

Ejemplo VI

15 Se preparó una composición, con el polímero fluorado del Ejemplo II presente en una cantidad de 1,6% en peso. El polímero de adición usado era el polímero de cloruro de vinilideno ($T_m = 130^\circ\text{C}$) del Ejemplo III, que estaba presente en la composición en cantidad de 0,4%
20 en peso.

Después se trataron varias alfombras de fibra acrílica con la composición anterior (aplicación simultánea), mientras que otras varias alfombras se trataron sólo con el polímero fluorado (1,6% de sólidos en el baño
25 de aplicación). Otro conjunto de alfombras se trató en se-

419679



5 rie con el copolímero de cloruro de vinilideno (0,4% de sólidos en el baño) y después con el polímero fluorado, mientras que otro conjunto más de alfombras se trató en serie con un polímero de adición de poli(cloruro de vinilideno) ($T_m = 190^{\circ}\text{C}$) y después con el polímero fluorado.

Los datos se recogen en la Tabla IV.

419679

419679



Tabla II

Ensayos de alfombras

Composición de tratamiento

Muestra de alfombra	Polímero fluorado		Concentración de polímero de adición en la composición (en peso)	Inicial AATCC 118-1966T Calificación en- sayo aceite	Después de 7700 pisadas AATCC 118-1966T Calificación en- sayo aceite	Califica- ción visual
	Monómeros (#)	Temperatura de transición térmica principal				
1	100:0/A:B	105º C. Tm	1,6%	3	Falla	+4
2	95:5/A:B	92º C. Tm	1,6%	4	Pasa	+5
3	90:10/A:B	78º C. Tm	1,6%	4	Pasa	+4
4	80:20/A:B	58º C. Tm	1,6%	4,5	Pasa	+4
5	70:30/A:B	47º C. Tm	1,6%	4	Pasa	+4
6	50:50/A:B	-32º C. Tg	1,6%	5	Pasa	+4
7	90:10/A:B	78º C. Tm	1,6%	5	Pasa	+6
8	90:10/A:B	78º C. Tm	0,3%	1,5	Pasa	+4
9	90:10/A:B	78º C. Tm	1,6%	4,5	Pasa	+4
10	---	---	0%	0	Falla	+2
11 (sin tratar)				0	Falla	0

A representa $C_8F_{17}SO_2N(CH_3)C_2H_4O_2CCH=CH_2$ y B representa acrilato de butilo.

+ Usando la escala de clasificación descrita en el Ejemplo III.

419679

Tabla II

Muestra de alfombra	Monómeros (x)	Composición de tratamiento		Concentración de polímero adición composición (en peso)
		Polímero fluorado	Temperatura de transición térmica principal	
1	100:0/A:B	105° C. Tm	1,6%	0,4%
2	95:5/A:B	92° C. Tm	1,6%	0,4%
3	90:10/A:B	78° C. Tm	1,6%	0,4%
4	80:20/A:B	58° C. Tm	1,6%	0,4%
5	70:30/A:B	47° C. Tm	1,6%	0,4%
6	50:50/A:B	-32° C. Tg	1,6%	0,4%
7	90:10/A:B	78° C. Tm	1,6%	8,0%
8	90:10/A:B	78° C. Tm	0,3%	1,7%
9	90:10/A:B	78° C. Tm	1,6%	0,4%
10	---	---	0%	2,0%
11 (sin tratar)				

x A representa $C_8F_{17}SO_2N(CH_3)C_2H_4O_2CCH=CH_2$ y B representa acrilato de 1

+ Usando la escala de clasificación descrita en el Ejemplo III.



419679

a II

Ensayos de alfombras

Concentración de polímero de adición en la composición (en peso)	<u>Inicial</u>		<u>Después de 7700 pisadas</u>	
	AATCC 118-1966T Calificación en- sayo aceite	AQ	AATCC 118-1966T Calificación en- sayo aceite	Califica- ción visual
0,4%	3	Falla	1	+4
0,4%	4	Pasa	2	+5
0,4%	4	Pasa	2,5	+4
0,4%	4,5	Pasa	4	+4
0,4%	4	Pasa	5	+4
0,4%	5	Pasa	5	-4
8,0%	5	Pasa	1,5	+6
1,7%	1,5	Pasa	0	+4
0,4%	4,5	Pasa	1,5	+4
2,0%	0	Falla	0	+2
	0	Falla	0	0

a acrilato de butilo.

lo III.

419679

TABLA III

* "Pre" indica tratamiento en serie; "Co" indica aplicación simultánea.

Muestra de alfombra	Polímero de adición	Temperatura de transición principal, °C	Concentración en la composición (% en peso)	Aplicación #	Ensayos de las alfombras	
					Calificación en seyo con aceite	Después de 8.400 pisadas
1	----	----	0	---	Falla	3
2	Del Ejemplo I	Tm 130	0,4	Co	Pasa	2
3	Del Ejemplo I	Tm 130	0,4	Pre	Pasa	3,5
4	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	0,2	Co	Pasa	3
5	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	0,8	Co	Pasa	1
6	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	1,6	Co	Pasa	1
7	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	3,2	Co	Pasa	1
8	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	8,0	Co	Pasa	0
9	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	0,32	Pre	Pasa	3
10	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	1,6	Pre	Pasa	3
11	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	8,0	Pre	Pasa	3,5
12	Poli(metacrilato de glicidilo)	Tg 52	0,4	Co	Pasa	2
13	Poliestireno	Tg 100	0,4	Co	Pasa	3
14	Poli(metacrilato de metilo)	Tg 100	0,4	Co	Pasa	3

419679



419679

TABLA III

≠ "Pre" indica tratamiento en serie; "Co" indica aplicación simultánea

Muestra de alfombra	Polímero de adición	Temperatura de transición principal, °C	Concentración en la composición (% en peso)	Aplicación ≠
1	---	---	0	---
2	Del Ejemplo I	Tm 130	0,4	Co
3	Del Ejemplo I	Tm 130	0,4	Pre
4	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	0,2	Co
5	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	0,8	Co
6	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	1,6	Co
7	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	3,2	Co
8	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	8,0	Co
9	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	0,32	Pre
10	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	1,6	Pre
11	Copolímero de Cl ₂ V del Ejemplo III	Tm 130	8,0	Pre
12	Poli(metacrilato de glicidilo)	Tg 52	0,4	Co
13	Poliestireno	Tg 100	0,4	Co
14	Poli(metacrilato de metilo)	Tg 100	0,4	Co



19679

III

ción simultánea.

Calificación posición en peso)	Aplicación #	Ensayos de las alfombras			
		Inicial		Después de 8.400 pisadas	
		Calificación en- sayo con aceite	AQ	Calificación en sayo aceite	Califica- ción visual
	---	3	Falla	3	+2
	Co	4	Pasa	2	+5
	Pre	5	Pasa	3,5	+6
	Co	4	Pasa	3	+4
	Co	5	Pasa	1	+5
	Co	5	Pasa	1	+6
	Co	5	Pasa	1	+6
	Co	3	Pasa	0	+5
2	Pre	5	Pasa	3	+6
	Pre	5,5	Pasa	3	+6
	Pre	6	Pasa	3,5	+7
	Co	4	Pasa	2	+5
	Co	4	Pasa	3	+5
	Co	5	Pasa	3	+5

419679



Ejemplo VII

Se usó el polímero fluorado del Ejemplo II para preparar varias composiciones de tratamiento en las que se evaluaron varios polímeros de adición. La mayoría de los polímeros de adición usados en este ejemplo no tenían una temperatura de transición térmica principal superior a aproximadamente 45°C.

Las composiciones se aplicaron a alfombras de fibra acrílica por pulverización o rociado superior, y las alfombras se secaron después durante 15 minutos a 70°C, y después se curaron durante 4 minutos a 130°C.

Los datos se recogen en la Tabla V.

La concentración de polímero fluorado en el baño era de 1,6% en todos los ejemplos. Como en todos los demás ejemplos, la absorción de material húmedo de la composición de tratamiento era de 25% del peso del pelo del haz.

Ejemplo VIII

Se homopolimerizó metacrilato de metilo para actuar como polímero de adición. En un recipiente se introdujeron 36,4 partes de agua, 4,6 partes de monómero de metacrilato de metilo (10% del total) y 13,8 partes de una disolución al 25% de cloruro de cetil-dimetil-bencil-amonio, y la emulsión se calentó a 50°C. Después se añadió una disolución de 0,2 partes de persulfato potási-

419679



co en 3,6 partes de agua, y, al cabo de aproximadamente 3-5 minutos, tenía lugar la polimerización, elevando con ello la temperatura, que se llevó hasta 75°C lo más rápidamente posible. Se añadieron gradualmente, durante 1,5 a 2 horas, otras 41,4 partes (90% del total) de metacrilato de metilo, manteniendo al mismo tiempo los 75°C durante la adición, y durante 2 a 4 horas después de la misma. La emulsión de poli(metacrilato de metilo) era de 93,8 g, y contenía 45,4% de sólidos. Esta emulsión se usó en los tratamientos Nos. 2, 4, 6 y 7 de la Tabla IV, en la que se usan varios componentes que contienen radicales fluoroalifáticos, con y sin un polímero de adición en los ensayos, como se ha descrito anteriormente, y en alfombras de pelo rizado de nylon y acrílicas. Se verá claramente que las alfombras en las que se aplicó un tratamiento según la invención (nos. 2, 4, y 6) dieron resultados superiores, y que las ventajas se mantenían sustancialmente después del tratamiento con champú. Esto pone de manifiesto las ventajas del equilibrio de propiedades conseguido en las composiciones de la invención.

Ejemplo IX

Se preparó un componente de bis-uretano que contenía radicales fluoroalifáticos, para el tratamiento de alfombras, a partir de 554 partes de N-etil-perfluoroocta

419679



nosulfonamidoetanol. Una disolución de este alcohol en
337 partes de metil isobutil cetona se liberó del agua
por destilación hasta extraer 100 partes de disolvente,
y después se enfrió a 80°C. A esta disolución se añadie-
ron 87 partes de diisocianato de toluileno, y después,
muy lentamente, 0,32 partes de dilaurato de dibutilesta-
ño, según lo permitía la reacción exotérmica. También
es satisfactorio el procedimiento contrario de añadir
primero el catalizador y el diisocianato después gradual-
mente. Después de la reacción, se prepara una emulsión
en una dispersión de 489 partes de agua que contenía una
disolución de 16 partes de tensioactivo fluoroalifático,
 $C_8F_{17}SO_2NHC_3H_6N^+(CH_3)_3Cl^-$, en 16 partes de acetona y 48
partes de agua y 16 partes de monooleato de polioxietilen
sorbitán (Tween 80) haciendo pasar la dispersión total por
un homogeneizador (Manton Gaulin), a 175 kilogramos por
centímetro cuadrado y 75°C. La emulsión de 45% de conte-
nido de sólidos se usa en los tratamientos Nos. 1 y 2 de
la Tabla VI. El sólido tenía un punto de fusión de 110-
125°C.

Ejemplo X

Se preparó un componente de uretano polimérico,
que contenía radicales fluoroalifáticos, para el trata-
miento de alfombras, a partir de 150 partes de N,N-bis(hi-
droxietil)perfluorooctanosulfonamida, que se secó disol-

419679



5 viéndola primero en 552 partes de acetato de etilo en un recipiente adecuado, y destilando después hasta extraer 200 partes de acetato de butilo. La disolución se enfrió a 80°C, y se añadieron 0,8 partes de trietilen diamina y 43,5 partes de diisocianato de toluileno, y la disolución se calentó a 90°C durante 16 horas. La espectroscopía de absorción infrarroja no mostró absorción alguna debida a grupos de isocianato. El polímero seco tenía una Tm de 75-85°C.

10 La disolución anterior se emulsionó en 500 partes de agua destilada, con 9,7 partes de monooleato de polioxietilensorbitán y 48,5 partes de la misma disolución de $C_8F_{17}SO_2NHC_3H_6N^+(CH_3)_3Cl^-$ usada en el Ejemplo IX, vertiendo primero esta última mezcla acuosa en la disolución de polímero en acetato de butilo, mezclando al mismo tiempo en una Homo mezcladora Eppenbach, para dar una emulsión que después se hizo pasar por un homogeneizador Manton Gaulin, a 175 kilogramos por centímetro cuadrado, como en el Ejemplo IX. Esta emulsión contenía 19,2% de sólidos y se empleó en los Tratamientos Nos. 3 y 4 de la Tabla VI.

Ejemplo XI

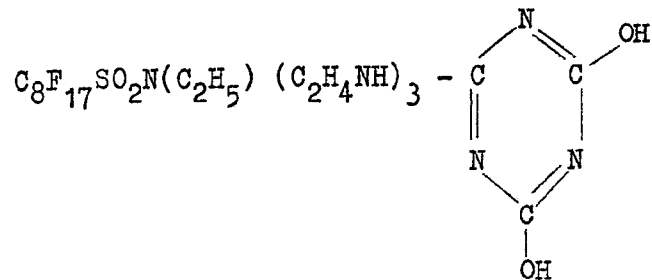
25 Se preparó otro tipo de componente que contenía radicales fluoroalifáticos, a partir de 44,8 partes de $C_8F_{17}SO_2N(C_2H_5)(C_2H_4NH)_3H$ en 50,0 partes de acetona



a 10°C, añadiendo lentamente 11,0 partes de cloruro
 cianúrico disueltas en 100 partes de acetona, y man-
 teniendo la temperatura de 10°C durante toda la adi-
 ción. La suspensión se agitó después durante 15 mi-
 5 nutos a aproximadamente 18°C, y el precipitado se re-
 cuperó por filtración. Se recogió más producto evapo-
 rando acetona.

Se prepara una disolución de 1,6 partes del
 material anterior, que tiene la estructura

10



15

y un punto de descomposición de aproximadamente 294°C,
 en 86,4 partes de agua y 12 partes de acetona, y usando
 en los Tratamientos Nos. 5 y 6 de la Tabla VI.

20

Según la invención, también pueden tratarse
 otros varios tipos de alfombras. Por ejemplo, varias
 fibras para alfombras, tales como poliamidas, acrílicas
 modificadas, lana, algodón, o sus mezclas, pueden hacer-
 se resistentes a la suciedad en condiciones de tránsito
 25 intenso sobre ellas, con las composiciones y los mé-

419679



todos de la invención.

Tabla IV

Mues- tra de alfom- bra	Polí- mero de adi- ción	Apli- ca- ción	Ensayos de alfombras			
			Inicial		Después de 8400 pisadas	
			Califica- ción ensa- yo aceite	AQ	Califica- ción ensa- yo aceite	Visual
1	----	⊛	3	Falla	4	+3
2	copolí- mero de clo- ruro de vinilideno	Simul- tánea	4	Pasa	3	+5
3	copolí- mero de clo- ruro de vi- nilideno	En se- rie	4	Pasa	3,5	+6
4	poli(cloru- ro de vini- lideno)	En se- rie	5	Pasa	3	+6

⊛ Alfombra tratada sólo con polímero fluorado.

23.11.73



28

419679

419679

Tabla V

Muestra de alfombra	Polímero de adición	Temperatura de transición térmica principal, °C	Concentración de polímero de adición en la composición (% en peso)	Ensayo de alfombras		
				Inicial	Después de 17.500 pisadas	Calificación visual
				Calificación ensayos de aceite	AQ	Calificación ensayos de aceite
1 **			0	3	Falla	3
2	Copolímero de cloruro de vinilideno del Fjem plo III	Tm 130	1	5	Pasa	2
3	Acrílico reticulable (#)	Tg -24	0,4	3	Falla	0
4	poli(heximetacrilato de etilo)	Tg inferior a -10	0,4	3	Pasa	1
5	poli(isopreno)	Tg inferior a -50	0,4	3	Falla	1

** Vendido con la marca de fábrica "Rhoplex HA-8" (de la Rohny Haas).

*** Esta alfombra se trató sólo con el polímero fluorado (de un baño de 1,6%).

419679

Tabla V

Muestra de alfombra	Polímero de adición	Temperatura de transición térmica principal, °C	Concentración de adición la muestra (% en peso)
1 ***	-----	-----	0
2	Copolímero de cloruro de vinilideno del Ejemplo III	Tm 130	1
3	Acrílico reticulable (⌘)	Tg -24	0,4
4	poli(heximetacrilato de etilo)	Tg inferior a -10	0,4
5	poli(isopreno)	Tg inferior a -50	0,4

* Vendido con la marca de fábrica "Rhoplex HA-8" (de la Rohny Haas).

*** Esta alfombra se trató sólo con el polímero fluorado (de un baño

23.11.73

28



419679

ola V

Concentración de polímero de adición en la composición (% en peso)	Ensayo de alfombras			
	Inicial		Después de 17.500 pisadas	
	Calificación ensayos de aceite	AQ	Calificación ensayos de aceite	Calificación visual
0	3	Falla	3	+2
1	5	Pasa	2	+4
0,4	3	Falla	0	+1
0,4	3	Pasa	1	+1
0,4	3	Falla	1	+1

la Rohny Haas).

ado (de un baño de 1,6%).

419679

Tabla VI

419679

No.	Tratamiento			Ensayos de alfombras				Tratada primero con champú (☒)
	Componente fluorado	Polímero de adición	Alfombra	Inicial Calificación ensayo aceite	AQ	Después de 6000 pisadas Calificación ensayo aceite	Calificación visual	
1	1,6% de producto del Ejemplo IX	Ninguno	LPN (☒☒) LPA (☒☒☒)	4,5 4	Pasa Pasa	5 5	0 0	0 0
2	1,6% de producto del Ejemplo IX	3,2% de poli(metacrilato de metilo)	LPN LPA	5 4	Pasa Pasa	6 5	+6 +5	+4 +5
3	1,6% de producto del Ejemplo X	ninguno	LPN LPA	4,5 4	Pasa Pasa	4,5 3	+2 0	+1 +1
4	1,6% de producto del Ejemplo X	3,2% de poli(metacrilato de metilo)	LPN LPA	4,5 3	Pasa Pasa	4 4	+7 +6	+5 +5
5	1,6% de producto del Ejemplo XI	ninguno	LPN LPA	2 3	Falla Falla	0 0	+4 +4	+2 +2
6	1,6% de producto del Ejemplo XI	3,2% de poli(metacrilato de metilo)	LPN LPA	2 3	Falla Falla	0 0	+5 +5	+4 +4
7	ninguno	4,8% de poli(metacrilato de metilo)	LPN LPA	0 0	Falla Falla	0 0	+2 +2	0 0

☒ Tratada primero con champú de felpudos disponible en el comercio ("Blue Lustre") usando una máquina HOOVER doméstica para champú de felpudos, y secada con aire, y después pisada.

☒☒ Nylon de pelo rizado.

☒☒☒ Acrílica de pelo rizado.

419679

Tabla VI

Tratamiento				I
No.	Componente fluorado	Polímero de adición	Alfombra	Califica ensayo e te
1	1,6% de producto del Ejemplo IX	Ninguno	LPN (SEK) LPA (SEKSE)	4,5 4
2	1,6% de producto del Ejemplo IX	3,2% de poli(metacrilato de metilo)	LPN LPA	5 4
3	1,6% de producto del Ejemplo X	ninguno	LPN LPA	4,5 4
4	1,6% de producto del Ejemplo X	3,2% de poli(metacrilato de metilo)	LPN LPA	4,5 3
5	1,6% de producto del Ejemplo XI	ninguno	LPN LPA	2 3
6	1,6% de producto del Ejemplo XI	3,2% de poli(metacrilato de metilo)	LPN LPA	2 3
7	ninguno	4,8% de poli(metacrilato de metilo)	LPN LPA	0 0

* Tratada primero con champú de felpudos disponible en el comercio (para champú de felpudos, y secada con aire, y después pisada.

** Nylon de pelo rizado.

*** Acrílica de pelo rizado.

419679



Ensayos de alfombras				
Inicial		Después de 6000 pisadas (en la fábrica)		
Calificación ensayo aceite	AQ	Calificación ensayo aceite	Calificación visual	Tratada primero con champú (⌘)
4,5	Pasa	5	0	0
4	Pasa	5	0	0
5	Pasa	6	+6	+4
4	Pasa	5	+5	+5
4,5	Pasa	4,5	+2	+1
4	Pasa	3	0	+1
4,5	Pasa	4	+7	+5
3	Pasa	4	+6	+5
2	Falla	0	+4	+2
3	Falla	0	+4	+2
2	Falla	0	+5	+4
3	Falla	0	+5	+4
0	Falla	0	+2	0
0	Falla	0	+2	0

el comercio ("Blue Lustre") usando una máquina HOOVER doméstica
3 pisa da.

419679



5 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 30 de Septiembre de 1970, bajo el Nº 76982 (parcial), se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

10 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 de las reivindicaciones siguientes:

15 1ª.- Perfeccionamientos introducidos en alfombras de resistencia duradera a la suciedad, que tienen una pluralidad de fibras orgánicas con un recubrimiento normalmente sólido sobre las mismas que comprende: a. al
20 menos una fase de un polímero de adición insoluble en agua, derivado de un monómero polimerizable etilénicamente insaturado exento de flúor no vinílico, teniendo dicho polímero al menos una temperatura de transición principal superior a aproximadamente 45°C y un parámetro de solubilidad de al menos aproximadamente 8,5, y b.
25 al menos una fase de un componente fluorado insoluble en

23.11.73

mle

419679



5 agua, que contiene un radical fluoroalifático de al me-
nos 3 átomos de carbono, teniendo dicho componente fluo-
rado al menos una temperatura de transición principal
superior a aproximadamente 45°C, siendo, al menos una de
dichas fases, una fase continua.

2ª.- Perfeccionamientos según la reivindica-
ción 1ª, en los que dichas fibras orgánicas están en
forma de pelo.

10 3ª.- Perfeccionamientos según la reivindica-
ción 1ª, en los que dichas fibras orgánicas son sinté-
ticas.

15 4ª.- Perfeccionamientos según la reivindica-
ción 3ª, en los que dichas fibras orgánicas están selec-
cionadas del grupo que consta de fibras de poliéster, acrí-
licas y de poliamida.

5ª.- Perfeccionamientos introducidos en alfom-
bras de resistencia duradera a la suciedad.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-
tecede, representado en los dibujos que se acompañan y
con los fines que se han especificado.

MLG
23.11.73



419679

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

Madrid,

20 Nov. 1973

P.A.

Fernando de Silanes
Formentor

23.11.73

IAG/