

REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

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

**PATENTE DE INVENCION**

19 ES 21 22	11 NUMERO 489.305	10 A1
	FECHA DE PRESENTACION 7.3.1980	

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO P 29 09 396.7	32 FECHA 9.3.1979	33 PAIS Rep. Federal Alemana.
---	----------------------	----------------------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL D06L 1/06	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	---	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN AGENTE DESAPRESTANTE"

71 SOLICITANTE (S)

DIAMANT AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Friedrichstrasse 18, D-8000 Munich, República Federal Alemana.

72 INVENTOR (ES)

Maria Denkler y E.S. Braun.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

DON OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ (P.74.344)

MTS/

Es conocido eliminar almidón y aprestos que contienen almidón de substratos textiles, por ejemplo impregnando tejidos aprestados con soluciones de enzimas degradantes de almidón, realizando en condiciones adecuadas una escisión del apresto de almidón para dar fragmentos solubles en agua, y a continuación eliminando los productos de degradación de los aprestos de almidón por un proceso de lavado. Como tales enzimas degradantes de almidón pueden emplearse amilasas de malta y páncreas o de cultivos de mohos y/o bacterias.

Además es conocido, por adaptación y selección adecuadas de bacterias que producen amilasa, cultivar cepas que se distinguen por una elevada insensibilidad y estabilidad a la temperatura. Por consiguiente, amilasas obtenidas de cultivos de estas cepas se pueden utilizar también como agente de desaprestado, incluso a temperaturas de 100°C y mayores. Son designadas como amilasas de alta temperatura ( G.B. Madsen, B.E. Norman, S. Slott: "Die Stärke", 25, 104 (1973) ).

Para el favorecimiento del desaprestado, especialmente para una mejor impregnación del género textil con la solución de desaprestado, es conocido además añadir al baño de desaprestado un agente humectante (véase memoria de patente alemana 849.987; DE-AS 1.135.857; DE-As 1.041.468; Process Biochemistry 5 (1970) 8, 17-19; Melland Textilberichte, 1970, 1060-1062). Tales agentes humectantes favorecen la capacidad absorbente del tejido, pero la mayor parte de las veces desarrollan un efecto inhibitorio o pernicioso para las enzimas. Por consiguiente los agentes humectantes siempre son puestos en contacto

con la enzima únicamente en el baño de desaprestado, si no se hace posible preparar mediante determinadas combinaciones preparados en polvo que fluyen libremente (memoria de patente alemana 849.987; DE-AS 1.041.468). Sin embargo, la mayor parte de los agentes tensioactivos, en especial los agentes tensioactivos aniónicos, tales como por ejemplo los ácidos sulfónicos, se han manifestado como enérgicos venenos de enzimas, que degradan el efecto enzimático, y que no son utilizables ni siquiera por breve tiempo en el baño de tratamiento de desaprestado. Por lo general los agentes tensioactivos no iónicos inhiben menos a las enzimas desaprestantes que los agentes tensioactivos aniónicos.

Sorprendentemente se ha encontrado ahora que se puede conseguir una mejora esencial del desaprestado, si la enzima degradante de almidón y determinados agentes tensioactivos no iónicos son añadidos al baño de desaprestado no separadamente, sino en forma de un agente de desaprestado preparado previamente, que contiene la enzima degradante de almidón y el agente tensioactivo en mezcla íntima en medio acuoso, de preferencia emulsionados uno con otro.

Objeto de la invención es por consiguiente un agente de desaprestado o desaprestante, consistente en una mezcla íntima de una enzima degradante de almidón, de preferencia una amilasa bacteriana de alta temperatura, y de un agente tensioactivo no iónico del grupo de los oxalcolatos de alcoholilo y de alcarilo, en agua.

Resulta especialmente sorprendente que el efecto de desaprestado pueda ser mejorado aún más mediante el recurso de que, adicionalmente al agente tensioactivo

no iónico, se emplea una menor cantidad de un agente tensioactivo aniónico, preferentemente un parafinsulfonato. Puesto que precisamente los agentes tensioactivos aniónicos son conocidos como venenos de enzimas, este efecto es especialmente sorprendente. Como enzima degradante de almidón pueden servir amilasas de origen animal, vegetal o bacteriano. Son preferidas las amilasas de alta temperatura mencionadas al principio. Las amilasas se emplean en forma de soluciones o dispersiones acuosas.

Agentes tensioactivos no iónicos adecuados para la invención son oxalcoholatos de alcoholifenol, tales como oxietilato de nonilfenol, oxalcoholatos de alcoholes grasos, tales como etoxilato de alcohol laurílico, y etiloxilatos de ácidos grasos. Son preferidos oxietilatos de alcoholifenol.

Agentes tensioactivos aniónicos adecuados son, por ejemplo, parafinsulfonatos, alcoholbenzosulfonatos, por ejemplo dodecilbenzosulfonato, así como sales de metales alcalinos de ácidos carboxílicos superiores. Son preferidos parafinsulfonatos.

Se prefiere especialmente una combinación de parafinsulfonato y oxietilato de alcoholifenol. Se prefiere especialmente el producto tensioactivo Kieralon OL (BASF), que tiene la composición siguiente: 8% de sal sódica de parafinsulfonato (14/15 átomos de carbono), 59% de oxietilato de alcoholifenol (6-7 unidades de óxido de etileno), 32% de agua, 1% de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (67 % de substancia seca).

El agente de desaprestado según la invención consta por lo general de 10-40 partes del preparado

enzimático acuoso y 10-60 partes del componente tensioactivo. Dentro del componente tensioactivo se mezclan ventajosamente 0,5-20 partes de agente tensioactivo aniónico con 10-40 partes de agente tensioactivo no iónico.

5 Una composición preferida de un agente de desaprestado según la invención consta de 0,5-20, de preferencia 1-10% de agente tensioactivo aniónico, de preferencia parafinsulfonato; 10-40%, de preferencia 15-25% de agente tensioactivo no iónico, de preferencia oxietilato  
10 de alcoholifenol, y 10-40 %, de preferencia 25-40 % del preparado enzimático acuoso, siendo el resto agua y eventualmente pequeñas cantidades de sales, que pueden proceder de la neutralización.

15 En especial se prefiere una composición que consta de 10-40 partes de un preparado enzimático acuoso y 10-60 partes de una mezcla de agentes tensioactivos, consistente en 5-15 partes, de preferencia 7-9 partes de sal sódica de parafinsulfonato y 50-70 partes, de preferencia 55-65 partes de oxietilato de alcoholifenol.

20 La mezcla según la invención muestra un efecto sinérgico de desaprestado, que sobrepasa en mucho al efecto aditivo de los componentes añadidos por separado al baño de desaprestado.

25 Para la preparación de una mezcla según la invención a partir de los componentes mencionados, primeramente a partir de los agentes tensioactivos y eventualmente de agua, así como eventualmente de una cantidad de lejía de sosa o de potasa necesaria para la neutralización de los agentes tensioactivos, se prepara una pasta,  
30 y en ésta se emulsiona finísimamente la solución de cul-

1 tivo de la amilasa bacteriana de alta temperatura.

5 El agente de desaprestado según la invención es adecuado en especial para el desaprestado de tejidos mixtos de algodón, celulosa regenerada o poliéster, que están aprestados con almidón natural o modificado, eventualmente en mezcla con carboximetilcelulosa, poli (acetato de vinilo) y/o poliacrilatos, así como grasas y ceras de aprestado. Este presenta un efecto esencialmente superior al de un baño de desaprestado análogo, a base de iguales cantidades de los componentes citados, con adición por separado.

10

15 La actividad de un baño de desaprestado depende de la actividad y concentración de la enzima empleada, y se puede cuantificar por datos de actividad enzimática. En lo que sigue se utiliza la tecnología analítica según las prescripciones técnicas del capítulo 29.40 de la tarifa arancelaria de Bruselas. Por consiguiente los resultados son expresados en las llamadas unidades arancelarias. El efecto de desaprestado en el tejido se puede caracterizar directamente por el llamado "ensayo de yodo", que utiliza la conocida reacción colorimétrica de yodo/almidón para la evaluación semicuantitativa. Para ello se normalizó una "escala de violetas" (W. Jülicher, Melland 36,1923 (1955) ), que ha encontrado una amplia introducción en la industria textil. El ensayo del grado de desaprestado se realiza en tal caso con solución de yodo-yoduro potásico y una comparación visual del color con las etapas 1-9 de la escala de violetas mencionada. En la práctica se puede hablar de buen desaprestado en caso de etapas  $\geq 6$ .

20

25

30

06050

JL/

Ejemplo 1

En un mezclador con sistema de agitación de alta velocidad se mezclaron 3,0 kg de sal sódica de para-  
finsulfonato y 18,1 kg de oxietilato de nonilfenol (grado  
de oxietilación 7 ) con 50 litros de agua, para dar una  
pasta homogénea. Con agitación rápida se añadieron y emul-  
sionaron 35 kg de una solución de amilasa de alta tempe-  
ratura. La solución de amilasa empleada manifestó una  
actividad de 900.000 unidades, medida según el método de  
las prescripciones técnicas para el capítulo 29.40 de la  
tarifa arancelaria. Resultó una pasta marrón amarillenta.

Con la mezcla así preparada se desaprestó un tejido de sarga poliéster/celulosa regenerada 34/19-  
2/2 con 400 g/m<sup>2</sup> y un apresto de 16,5 % consistente en

- 7,8 % de almidón modificado
- 3,9 % de poli (alcohol vinílico)
- 3,9 % de carboximetilcelulosa
- 0,9 % de pollicera.

Se trató en una máquina de lavar a lo ancho, habiéndose cargado los compartimientos individuales de la lavadora como sigue:

- 1<sup>er</sup> compartimiento: 3 g/l de la mezcla según la invención, 90-95°C y pH de aproximadamente 7
- 2<sup>o</sup> compartimiento: 2 g/l de la mezcla según la invención, 90-95°C y pH de aproximadamente 7
- 3<sup>o</sup> compartimiento: 1 g/l de la mezcla según la invención, 90-95°C y pH de aproximadamente 7
- 4<sup>o</sup> compartimiento: 3 g/l de carbonato sódico hirviente
- 5<sup>o</sup> compartimiento: agua caliente a aproximadamente 90°C
- 6<sup>o</sup> compartimiento: agua fría a aproximadamente 30°C.

La velocidad de paso del género fue de 30 m/min, lo que indicó un tiempo de contacto en el baño enzimático de en total 60 segundos. El grado de desaprestado, valorado por la escala de violetas, estaba en la etapa 8-9.

En comparación con el desaprestado antes citado, el mismo tejido se trató en iguales condiciones con la solución de amilasa idéntica a la que se empleó para la preparación de la mezcla según la invención. Como agente humectante se utilizó la mezcla anterior de agentes tensioactivos.

- 1<sup>er</sup> compartimiento: 1,00 g/l de solución de cultivo  
1,00 g/l de agente humectante, 90-95°C,  
pH aproximadamente 7
- 2<sup>a</sup> compartimiento: 0,66 g/l de solución de cultivo  
0,75 g/l de agente humectante, 90-95°C,  
pH aproximadamente 7
- 3<sup>a</sup> compartimiento: 0,33 g/l de solución de cultivo  
0,50 g/l de agente humectante, 90-95°C,  
pH aproximadamente 7
- 4<sup>a</sup> compartimiento: 3 g/l de carbonato sódico hirviente
- 5<sup>a</sup> compartimiento: agua caliente a aproximadamente 90°C
- 6<sup>a</sup> compartimiento: agua fría a aproximadamente 30°C.

El grado de desaprestado estaba en un valor peor que la etapa 6. Por lo tanto, sorprendentemente, a pesar del empleo de mayor cantidad de productos químicos y del empleo de la misma cantidad de enzima, se encontró un efecto de desaprestado peor.

#### Ejemplo 2

Con la mezcla según la invención del ejem-

30

27030

MML

pl- 1 se trató una muselina de algodón de 180 g/m<sup>2</sup>, con un apresto de 9 % ( almidón, poli (alcohol vinílico) y grasa de apresto.

5 Se desaprestó en una máquina de tratamiento a lo ancho ( 2 pasadas, 20 minutos ) con 4 g/l de la mezcla según la invención a la temperatura de ebullición.

A continuación se aclaró en caliente y en frío en 2 pasadas.

10 El género así tratado tenía los datos siguientes:

Grado de desaprestado (escala de violetas):  
etapa 9

Capacidad de humectación (método de humedecimiento por inmersión): 8 segundos

15 Grado de blancura (Elrepho): 63  
(grado de blancura del género bruto: 48).

La experiencia testigo se llevó a cabo con 1,5 g/l de solución de amilasa, como la empleada en el ejemplo 1 y

20 2 g/l de la mezcla de agentes tensioactivos del ejemplo 1.

El desaprestado conseguido estaba en:

Grado de desaprestado (escala de violetas):  
etapa 7

25 Capacidad de humectación (método de humedecimiento por inmersión) 7 segundos

Grado de blancura (Elrepho) 60

### Ejemplo 3

En un recipiente con sistema de agitación se mezclaron

30 6,0 kg de sal sódica de dodecilbenzosulfonato y

20,2 kg de etoxilato de alcohol laurílico (grado de oxidación 10) con

45,0 l de agua, para dar una pasta homogénea.

5 Luego se emulsionaron en ella 33,0 kg de una solución de amilasa de alta temperatura. Resultó una pasta de color pardo amarillento. La solución de amilasa empleada tenía una actividad de 940.000 unidades, medida por el método de las prescripciones técnicas del capítulo 29.40 de la tarifa arancelaria.

10 Con el agente de desaprestado así preparado se trató un tejido de pana de algodón, que había sido aprestado con una combinación de almidón natural y modificado, con adición de grasa. La cantidad aplicada de apresto fue de 8,0%.

15 Se trabajó en una instalación de tratamiento previo, de funcionamiento continuo, con secciones de impregnación, tratamiento con vapor y lavado. El género se impregnó con 3 g/l de la mezcla según la invención.

Temperatura del baño: aproximadamente 90°C

20 Valor del pH: aproximadamente 7

Efecto de escurrido: 150 %

25 Inmediatamente después de la humectación, el género se sometió en un autoclave de tratamiento con vapor a una temperatura de 110°C durante un tiempo de paso de 60 segundos. A continuación se extrajo por lavado, con adición de 3 g/l de carbonato sódico y 1 g/l de detergente comercial. El grado de desaprestado pudo ser calificado con la etapa 8 (escala de violetas).

30 En el ensayo testigo el género se impregnó con

1,0 g/l de la idéntica solución de amilasa y  
1,0 g/l de la mezcla de agentes tensioactivos antes descri-  
ta en condiciones por lo demás iguales, se trató con vapor  
y se extrajo por lavado.

5 A pesar de emplearse una cantidad algo mayor  
de productos químicos, sólo se logró un efecto de desapres-  
tado de nota 7.

#### Ejemplo 4

10 300 kg de Kieralon OL (producto comercial  
de la firma BASF) se agitaron con 400 l de agua para dar  
una pasta. A continuación, en un intervalo de 10 minutos  
y con un agitador Turrax, se emulsionaron en ella 300 kg  
de una solución de amilasa de alta temperatura. Resultó  
15 una pasta de color pardo-amarillo. La solución de amilasa  
empleada mostró una actividad de 980.000 unidades enzimá-  
ticas, medida según el método de las prescripciones técni-  
cas del capítulo 29.40 de la tarifa arancelaria.

Una cretona de algodón con una cantidad  
aplicada de apresto de 8,1 %, que consistía en 5,5 % de  
20 almidón modificado, 2,1 % de poli (alcohol vinílico) y  
0,5 % de grasa, se desaprestó con la mezcla según la inven-  
ción. Se trabajó discontinuamente con impregnación en la  
máquina chamuscadora y posterior extracción por lavado en  
una máquina de lavado a lo ancho:

25 En la cuba de extinción de la máquina chamuscadora, el gé-  
nero se impregnó con 5 g/l de la mezcla según la invención  
(temperatura del baño 95°C, valor de pH 7,5), se escurrió  
(110% de arrastre de baño) y se arrolló. Después el cilin-  
dro de enrollado se extrajo por lavado inmediatamente, sin  
30 tiempo de permanencia, habiéndose cargado los cuatro com-

partimientos de lavado de la máquina de lavado a lo ancho empleada, como sigue:

1º compartimiento: agua caliente a aproximadamente 90°C

2º compartimiento: 3 g/l de carbonato sódico y 1 g/l de detergente comercial, a aproximadamente 90°C

3º compartimiento: agua caliente a aproximadamente 90°C

4º compartimiento: agua fría a aproximadamente 35°C.

El tejido así tratado manifestó un efecto de desaprestado de etapa 7, calificado según la escala de violetas.

El desaprestado de comparación se realizó en las mismas condiciones con 1,6 g/l de la misma solución de amilasa y 1,5 g/l de Kieralon OL.

El grado de desaprestado se hallaba en un valor peor que la nota 6.

1

## - 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.- Procedimiento para la preparación de un agente desaprestante, caracterizado porque se mezclan íntimamente en agua una enzima degradante de almidón y un agente tensioactivo no iónico del grupo de oxalcoholatos de alcohilo y de alcarilo.

15

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque adicionalmente al agente tensioactivo no iónico se le añade una pequeña cantidad de un agente tensioactivo aniónico.

20

3ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque el agente tensioactivo aniónico y el agente tensioactivo no iónico se mezclan agitando con agua para dar una pasta homogénea, y la solución de enzima se emulsiona en ella.

25

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se emplean de 10-40 partes de un preparado enzimático acuoso, y de 10-60 partes de un agente tensioactivo.

30

5ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque como enzima degradante de almidón se emplea una amilasa.

6ª.- Procedimiento según la reivindicación

mfe

1 5ª, caracterizado porque como enzima se emplea una amilasa bacteriana de alta temperatura.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque por 0,5-20 partes de agente tensioactivo aniónico, se emplean 10-40 partes de agente tensioactivo no iónico.

8ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 2ª ó 7ª, caracterizado porque como agente tensioactivo aniónico se emplea un parafinsulfonato.

10 9ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1ª, 2ª, y 4ª a 8ª, caracterizado porque como agente tensioactivo no iónico se emplea un oxietilato de alcoholifenol.

15 10ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 8ª y 9ª, caracterizado porque se emplean 0,5-20%, de preferencia 1-10% de parafinsulfonato, 10-40%, de preferencia 15-25% de oxietilato de alcoholifenol, y 10-40%, de preferencia 25-40% de un preparado enzimático acuoso, el resto agua, y eventualmente pequeñas cantidades de sales.

20 11ª.- Procedimiento según la reivindicación 9ª, caracterizado porque se emplean 10-40 partes de un preparado enzimático acuoso y 10-60 partes de una mezcla de agentes tensioactivos a base de 5-15 partes, de preferencia 7-9 partes de sal sódica de parafinsulfonato y 50-70 partes, de preferencia 55-65 partes de oxietilato de alcoholifenol.

25 12ª.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque los componentes se emulsionan unos en otros.

30

16040

m/e

1

13ª.- Procedimiento para la preparación de un agente desapestante.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

5

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

Madrid, 22. ABR. 1980

10

P.A.

Oscar de Elizaburu  
Por Poder.

15

20

25

16040

JL/

m/g