

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 397**

51 Int. Cl.:

C08L 67/02 (2006.01)

C08L 77/00 (2006.01)

D01F 8/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08732811 .8**

96 Fecha de presentación: **26.03.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2129724**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.12.2009**

54 Título: **Composiciones de polímero sintéticas resistentes al lavado que contienen principios activos**

30 Prioridad:
29.03.2007 US 920677 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.05.2012

73 Titular/es:
**INVISTA TECHNOLOGIES S.A.R.L.
ZWEIGNIEDERLASSUNG ST. GALLEN
PESTALOZZISTRASSE 2
9000 ST. GALLEN, CH**

72 Inventor/es:
SUN, Yanhui

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 381 397 T3

DESCRIPCIÓN

Composiciones de polímero sintéticas resistentes al lavado que contienen principios activos

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a composiciones de polímero sintéticas resistentes al lavado, que incluyen fibras, hilos, tejidos y prendas que contienen dichas fibras. Estas composiciones presentan una función útil como vehículos para principios activos tales como insecticidas, repelentes de insectos, fragancias, fármacos y otros aditivos activos. En particular, estas composiciones de polímero presentan afinidad por los aditivos que no se eliminan fácilmente del sustrato por medios tradicionales de limpieza y lavado a máquina. En particular, se refiere a redes de mosquitos insecticidas de larga duración.

2. Técnica anterior

En la matriz de un polímero se usan vehículos, tales como PVC y elastómeros termoplásticos, para la liberación lenta de los principios activos tales como pesticidas, insecticidas y otros principios para controlar microbios, hongos, ácaros, etc.

- 15 La patente europea Nº. 0 542 081 A1 de Brandt et al. divulga el uso de copoliésteres como vehículos para principios activos, incluyendo piretroides sintéticos e insecticidas. Brandt et al. va destinado al uso de esta resina directamente para el moldeo por inyección con el fin de obtener productos tales como collares para perros. El experto en la técnica espera que dichos principios activos sean térmicamente estables a la temperatura de inyección del copoliéster. Estos productos moldeados por inyección no necesitan ser resistentes al agua.
- 20 La solicitud de patente japonesa Nº. 08-109516 de Watanabe et al. divulga una mezcla de un principio activo, tal como un insecticida, con un poliéter-éster añadido al polímero de poliéster justo antes del hilado. El poliéter-éster preferido se prepara a partir de ácido tereftálico y politetrametilenglicol. Se espera que el insecticida sea térmicamente estable. Watanabe et al., no proporcionan información sobre la estabilidad de lavado de los productos fabricados a partir de estas fibras.
- 25 La patente de EE.UU. Nº. 6.120.790 de Kuratsuji et al, usa un copolímero de bloques de poliéter/poliéster como vehículo para los agentes microbianos/fungistáticos. Estos se pueden mezclar con otros polímeros. Está principalmente destinado a agentes inorgánicos, ya que generalmente los aditivos orgánicos son inestables a las temperaturas de procesamiento. Kuratsuji et al, no aportan información con respecto a la estabilidad de lavado de los productos preparados a partir de estas composiciones.
- 30 La solicitud japonesa Nº. 11-140775 de Kenji et al va destinada a una fibra de poliéster de prueba antimicrobiana y para ácaros. El agente (una sal de amonio cuaternaria) se combina para dar lugar a un compuesto (o se añade en la última etapa de la polimerización de poliéter/poliéster). Este se usa como emulsión en forma de acabado de pos-extracción. Kenji et al no proporcionan información sobre la estabilidad de lavado de los productos preparados a partir de estas fibras.
- 35 La patente de EE.UU. Nº. 6.375.966 de Maleeny et al, divulga un procedimiento de preparación de matriz de poliuretano/urea que se puede adaptar para el suministro de fragancias y determinadas formulaciones repelentes de insectos. Estos productos sometidos a moldeo por inyección no necesitan ser resistentes al lavado.

- La malaria es una enfermedad que infecta de aproximadamente 300 a 500 millones de personas cada año y provoca la muerte de aproximadamente 1,5 a 2,7 millones de personas, de acuerdo con las estadísticas de la Organización Mundial de la Salud. Debido a que la malaria y las enfermedades relacionadas transmitidas por la picadura de mosquito, tal como la fiebre del Oeste del Nilo, encefalitis, fiebre amarilla y fiebre del dengue, presentan consecuencias graves para la salud humana, todos los medios de ataque y eliminación de la reproducción del mosquito quedan justificados. Medios conocidos para el control de mosquitos, además de la aplicación aérea de insecticidas (aerosoles), incluyen el tratamiento insecticida de productos tales como: redes, cortinas y pantallas de ventana usadas para aislar partes de los espacios interiores y las zonas de dormitorio, así como también las prendas de protección. El lavado de las redes para dormitorio o de las prendas de protección, previamente tratadas con insecticidas, presenta el problema adicional de la durabilidad del tratamiento insecticida. En general, las redes de mosquitos tratadas con insecticidas requieren, tras el lavado, la re-impregnación con insecticida. Esto raramente se hace en el campo. Además, se han llevado a cabo muchos intentos para mejorar la durabilidad de las redes para mosquitos con insecticidas tras el lavado.

La patente de EE.UU. Nº. 5.303.918 de Samson et al, trata la red con una solución de PVA, antes del relleno con el insecticida (permetrina). En el caso del control no hubo permetrina después de 20 lavados (140 °F, 60 °C) mientras que con el tratamiento con PVA quedó menos del 20 %.

La patente de EE.UU. Nº. 5.631.072 de Samson et al divulga el uso de una solución de permetrina y un aglutinante de polímero tal como un copolímero acrílico, o la adición de un agente de reticulación a un aglutinante de PVA. Ambos enfoques mejoraron la durabilidad del insecticida en comparación con PVA solo.

5 La patente de EE.UU. Nº. 5.733.560 de Davister et al divulga el uso de un glicerol etoxilado que reacciona con el insecticida u otro compuesto volátil. Esto reduce la presión de vapor del insecticida prolongando su eficacia. No existe información sobre la estabilidad de lavado de los productos preparados a partir de estas fibras.

10 La patente internacional Nº. WO 01/37662 de Skovmand divulga el uso de un tratamiento resistente al lavado y de un tratamiento resistente a la suciedad (para minimizar la necesidad de lavado intensivo). Estos tratamientos, añadidos tras la impregnación del insecticida, se basan en polisiloxano y fluorocarbonos. La durabilidad se amplió a 12 lavados usando alfacipermetrina como insecticida.

La patente internacional Nº. WO 01/58261 de Mount et al, divulga un sistema de aglutinante de ciclodextrina y PVA. Se encontró que mediante el uso de permetrina como insecticida se mantuvo la durabilidad a lo largo de 10 lavados.

15 La patente internacional Nº. WO 03/034823 de Baeker divulga una composición del insecticida, un aglutinante hidrófobo polimérico (copolímero de 2-etilhexilacrilato de estireno) y un agente dispersante (silicato de sodio). Reivindica que tras el lavado, el agente dispersante permite que una mayor cantidad de insecticida se desplace hasta la superficie de la red. Mediante el control de la tasa de liberación del insecticida, los inventores reivindican que la red puede seguir siendo eficaz incluso después de 50 lavados (Procedimientos Estándar de OMS).

La solicitud de patente japonesa Nº. 08-296171 de Takahi et al divulga el uso de un sistema de insecticida y aglutinante sobre tejidos de poliuretano. Estos duraron 5 lavados.

20 Ninguna de las divulgaciones anteriores satisface la necesidad de composiciones que contengan principios activos que se puedan conformar para dar lugar a productos que contiene insecticidas que sean resistentes al lavado. En el presente documento, la divulgación de patente de los inventores aborda la necesidad de composiciones de fibra sintética a partir de la cual se pueden fabricar productos que contiene insecticidas y otros principios activos. Además de las enseñanzas que se muestran en el presente documento, se proporcionan fibras y tejidos que contienen
25 insecticidas y repelentes, con un elevado grado inherente de estabilidad frente al lavado y repelencia de insectos y mortalidad que cumplen con los requisitos de la Organización Mundial de la Salud para las redes de mosquitos de larga duración.

Sumario de la invención

30 Se divulga una composición de polímero sintética que comprende una mezcla de polímero termoplástico sintético y un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente (vehículo), en el que el producto fabricado a partir de la mezcla contiene un principio activo. El polímero termoplástico se escoge a partir de poliésteres, policarbonatos, poli(alfa)olefinas o poliamidas. El vehículo se escoge entre polioxialquileno, o un copolímero de bloques de poliéter con una amida, éster o uretano. De manera general, los productos comprenden estructuras tejidas y tricotadas de fibras, que pueden ser hilos continuos o hilos cortos discontinuos. El producto está
35 impregnado con un principio activo.

La composición de polímero sintética a la cual van destinadas las enseñanzas del presente documento comprende una mezcla de un polímero termoplástico y un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente, en la que los productos preparados a partir de dicha composición comprenden un principio activo y en la que dicho principio activo es resistente al lavado.

40 De manera más específica, la composición de polímero sintética es un compuesto termoplástico escogido entre cualesquiera poliésteres, policarbonatos, poli(alfa)olefinas o poliamidas.

La composición de polímero sintética puede contener una cadena de poliéter como constituyente escogido entre polioxialquileno o un copolímero de bloques de poliéter con una amida, éster o uretano.

45 La composición de polímero sintética puede contener una cadena de poliéter como constituyente escogido entre copolímeros de bloques de poliéter/éster.

La composición de polímero sintética comprende además un principio activo: una fragancia, un suavizante de tejido, un agente de filtro solar, agente antibacteriano, pesticida o insecticida.

La composición de polímero sintética además puede comprender un insecticida escogido entre el grupo que consiste en piretroides sintéticos, compuestos de carbamato, compuestos organofosforados o mezclas de estos.

50 La composición de polímero sintética puede además comprender una cadena de poliéter como constituyente en una cantidad del 0,5 al 15 % en peso de la composición total.

La composición de polímero sintética puede además comprender un principio activo en una cantidad del 0,05 al 1 % en peso de la composición total.

Las enseñanzas del presente documento van destinadas a un hilo de multi-filamento preparado por medio de hilado en masa fundida de una composición de polímero sintética que comprende una mezcla de polímero termoplástico y un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente.

5 El hilo de multi-filamento, al cual van destinadas las enseñanzas del presente documento, puede comprender un compuesto termoplástico escogidos entre poliésteres, policarbonatos, poli(alfa)olefinas o poliamidas.

El hilo de multi-filamento al cual van destinadas las enseñanzas del presente documento pueden comprender un cadena de poliéter como constituyente, un polioxialquileo, o un copolímero de bloques de poliéter con una amida, éster o uretano.

10 El hilo de multi-filamento al cual van destinadas las enseñanzas puede comprender un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente o un copolímero de bloques de poliéter/éster.

Las enseñanzas del presente documento van destinadas a productos tejidos o tricotados a partir del hilo de multi-filamento descrito en el presente documento.

El producto al cual van destinadas las enseñanzas del presente documento puede comprender un producto impregnado con un principio activo.

15 El producto al cual van destinadas las enseñanzas del presente documento puede comprender un producto impregnado con un principio activo que se escoge entre una fragancia, suavizante de tejido, agente de filtro solar, agente antibacteriano, pesticida o insecticida.

20 El producto al cual van destinadas las enseñanzas del presente documento puede comprender un producto impregnado con un insecticida que se escoge entre piretroides sintéticos, compuestos de carbamato, compuestos organofosforados o una mezcla de estos.

El producto al cual van destinadas las enseñanzas del presente documento pueden comprender un producto impregnado con un insecticida en el que el producto se escoge entre redes, prendas exteriores, ropa de cama, prendas protectoras, prendas interiores, prendas de ropa y tiendas.

25 El producto al cual van destinadas las enseñanzas del presente documento puede comprender un producto impregnado con un insecticida, en el que el insecticida comprende más del 0,1 % en peso tras cinco ciclos de lavado.

Estas enseñanzas del presente documento hacen referencia además a un procedimiento para preparar productos a partir de una composición de polímero sintética que comprende una mezcla de polímero termoplástico sintético y un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente en el que se impregna un principio activo.

30 Se reivindica un procedimiento como el que se especifica en las reivindicaciones adjuntas para preparar un producto como vehículo para principios activos, que comprende:

35 mezclar un polímero termoplástico con un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente, formando una pluralidad de fibras a partir del polímero termoplástico mezclado con un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente que forma un producto a partir de una pluralidad de fibras; y tratar el producto con una solución del principio activo, en el que el producto tratado contiene más del 0,1 % en peso del principio activo tras cinco ciclos de lavado.

Estas enseñanzas además hacen referencia a un procedimiento para preparar un producto en el que dicho polímero termoplástico es un poliéster, policarbonato, poli(alfa)olefina o poliamida.

40 Estas enseñanzas además hacen referencia a un procedimiento para preparar un producto en el que dicho polímero termoplástico que contiene la cadena de poliéter como constituyente es un polioxialquileo, o un copolímero de bloques de poliéter con una amida, éster o uretano.

Estas enseñanzas además hacen referencia a un procedimiento para preparar un producto en el que dicho polímero termoplástico que contiene la cadena de poliéter como constituyente es un copolímero de bloques de poliéter/éster.

45 Estas enseñanzas del presente documento hacen referencia a un procedimiento para preparar un producto en el que la etapa de tratamiento del producto con la solución del principio activo comprende principios activos escogidos entre fragancias, suavizante de tejido, agente de filtro solar, agente antibacteriano, pesticida o insecticida.

Estas enseñanzas del presente documento hacen referencia a un procedimiento para preparar un producto en el que la etapa de tratamiento del producto con una solución del principio activo comprende un insecticida escogido entre piretroides, compuestos de carbamato, compuestos organofosforados o mezclas de estos.

50 Las enseñanzas del presente documento hacen referencia a un procedimiento para preparar un artículo en el que la etapa de mezcla del polímero termoplástico con un polímero que contiene una cadena de polímero como

constituyente comprende una cantidad del 0,5 al 15 % en peso de la composición total.

Las enseñanzas del presente documento además hacen referencia a un procedimiento para preparar un producto en el que la etapa de tratamiento del producto con la solución del principio activo, comprende una cantidad del 0,05 al 3 % en peso de la composición total.

5 **Descripción detallada de la invención**

El presente documento describe una composición de polímero sintética que comprende una mezcla de polímero termoplástico sintético y un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente, en el que el producto fabricado a partir de la mezcla contiene un principio activo. El producto es "resistente al lavado" lo que significa que el principio activo conserva su funcionalidad tras lavar al menos aproximadamente cinco veces en una solución de detergente agitado del 0,2 % en peso (1993 American Association of Textile Chemists and Colorists Standard Reference Detergent) a un pH de 10 con una proporción de líquido de 175:1 durante 10 minutos, aclarado y secado.

Composición de Polímero Sintética

Los polímeros termoplásticos sintéticos más comunes con poliésteres, copoliésteres, policarbonatos, copolicarbonatos, poliamidas, copoliamidas, poli(alfa)olefinas o mezclas de estos.

De manera general, se pueden preparar los poliésteres o copoliésteres por medio de uno de los dos procedimientos, en concreto: (1) el procedimiento del éster y (2) el procedimiento del ácido. El procedimiento del éster es en el que se hace reaccionar al menos un éster dicarboxílico (tal como tereftalato de dimetilo) con al menos un diol (tal como etilenglicol) en una reacción de intercambio de éster. Debido a que esta reacción es reversible, generalmente resulta necesario retirar el alcohol (metanol cuando se emplea tereftalato de dimetilo) para convertir por completo las materias primas en monómero. Los monómeros preparados de este modo contienen mezclas de oligómeros de cadena corta y en algunos casos pequeñas cantidades de materiales de partida. Determinados catalizadores son bien conocidos para su uso en la reacción de intercambio de éster. En el pasado, la actividad catalítica se sometía posteriormente a acción secuestrante mediante la introducción de un compuesto de fósforo, por ejemplo poli(ácido fosfórico), al final de la reacción de intercambio de éster. Fundamentalmente, el catalizador de intercambio de éster se sometía a acción secuestrante para evitar la aparición de un color amarillo en el polímero.

A continuación, el monómero experimenta policondensación y el catalizador empleado en la presente reacción es generalmente un compuesto de antimonio, germanio o titanio o una de sus mezclas.

En el segundo procedimiento para preparar el poliéster o copoliéster, se hace reaccionar al menos un ácido dicarboxílico (tal como ácido tereftálico) con al menos un diol (tal como etilenglicol) por medio de reacción de esterificación directa para producir un monómero y agua. El monómero preparado de este modo contiene mezclas de oligómeros de cadena corta y en algunos casos pequeñas cantidades de los materiales de partida. Esta reacción también es reversible como el procedimiento del éster y de este modo, con el fin de llevar la reacción hasta terminación, es preciso eliminar el agua. En la mayoría de los casos la etapa de esterificación directa no requiere un catalizador. Posteriormente, el monómero experimenta policondensación para formar un poliéster igual que en el procedimiento del éster, y generalmente el catalizador y las condiciones empleadas son las mismas que para el procedimiento del éster.

Se producen poliésteres apropiados a partir de la reacción de un diácido o compuesto de diéster que comprende al menos el 65 % en moles de ácido tereftálico o dialquiltereftalato C₁-C₄, preferentemente al menos el 70 % en moles, más preferentemente al menos el 75 % en moles, incluso más preferentemente al menos el 95 % en moles y un componente de diol que comprende a menos el 65 % en moles de etilenglicol, o diglicoles C₂-C₂₀ preferentemente al menos el 70 % en moles, más preferentemente al menos el 75 % en moles, incluso más preferentemente al menos el 95 % en moles. También es posible que el componente de diácido sea ácido tereftálico y el componente de diol sea etilenglicol, formando de este modo poli(tereftalato de etileno) (PET). El porcentaje en moles de todos los componentes de diácido suma el 100 %, y el porcentaje en moles de todo el componente de diol suma el 100 % en moles.

Cuando los componentes de poliéster son modificados por uno o más de los componentes de diol diferentes de etilenglicol, los componentes de diol apropiados del poliéster descrito se pueden escoger entre 1,4-ciclohexanodimetanol; 1,2-propanodiol; 1,4-butanodiol; 2,2-dimetil-1,3-propanodiol; 2-metil-1,3-propanodiol (2MPDO); 1,6-hexanodiol; 1,2-ciclohexanodiol; 1,4-ciclohexanodiol; 1,2-ciclohexanodimetanol; 1,3-ciclohexanodimetanol y dioles que contienen uno o más átomos de oxígeno en la cadena, por ejemplo, dietilenglicol, trietilenglicol, dipropilenglicol, tripropilenglicol o mezclas de estos y similares. En general, estos dioles contienen de 2 a 18, preferentemente de 2 a 8 átomos de carbono. Se pueden emplear dioles cicloalifáticos en su configuración cis o trans o en forma de mezcla de ambas. Componentes de diol de modificación preferidos con 1,4-ciclohexanodimetanol o dietilenglicol o una mezcla de estos.

Cuando los componentes de poliéster son modificados por uno o más componentes de ácido diferentes de ácido tereftálico, se pueden escoger los componentes de ácido apropiados (ácidos dicarboxílicos alifáticos, alicíclicos o aromáticos) del poliéster lineal, por ejemplo, ácido isoftálico, ácido 1,4-ciclohexanodicarboxílico, ácido 1,3-ciclohexanodicarboxílico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido 1,12-dodecanodioico, ácido 2,6-naftalendicarboxílico, ácido bibenzoico o mezclas de estos y similares. En la preparación de polímero, con frecuencia resulta preferido usar uno de sus derivados de ácido funcional tal como éster dimetílico, dietílico o dipropílico de ácido dicarboxílico. Cuando resulte práctico, también se pueden emplear los anhídridos o los haluros de estos ácidos.

Además del poliéster preparado a partir de ácido tereftálico (o tereftalato de dimetilo) y etilenglicol, o un poliéster modificado como se ha comentado anteriormente, la presente invención también incluye el uso del 100 % de un diácido aromático tal como ácido 2,6-naftalen dicarboxílico o ácido bibenzoico, o sus diésteres, y un poliéster modificado preparado haciendo reaccionar al menos el 85 % en moles del dicarboxilato a partir de estos diácidos aromáticos/diésteres con cualquiera de los comonómeros anteriores.

Según se usa en el presente documento, policarbonato incluye copolímeros y poli(carbonato de éster). El policarbonato más común está basado en bisfenol A. Los policarbonatos se preparan comercialmente por medio de dos procedimientos: reacción de Schotten-Baumann de fosgeno y un diol aromático en una reacción de condensación interfacial catalizada por amina; o por medio de transesterificación catalizada por una base de un bisfenol con un carbonato monomérico.

De manera general, las poliamidas, tales como nailon 6,6, o copoliamidas se preparan por medio de polimerización en masa fundida a partir de al menos una sal de diácido-diamina que se puede preparar bien in situ o en una etapa por separado. En cualquiera de los procedimientos, se usan el diácido y la diamina como materiales de partida. Cuando se usa la sal de diácido-diamina, se calienta la mezcla hasta fusión y se agita hasta equilibrio. La polimerización o copolimerización se pueden llevar a cabo bien a presión atmosférica, a presiones elevadas o bien a vacío. De manera general, las poliamidas formadas a partir de aminoácidos tales como nailon 6, se producen por medio de la apertura de anillo de la correspondiente lactama. El procedimiento más común es la polimerización hidrolítica, en la cual las lactamas se calientan en presencia de agua por encima del punto de fusión de la poliamida. La apertura de anillo hidrolítica puede estar catalizada por un ácido o por una base. Posteriormente, el amino ácido resultante condensa paso a paso para formar la cadena polimérica en desarrollo. En la polimerización aniónica la reacción es iniciada por una base fuerte, por ejemplo un hidruro de metal, un óxido de metal alcalino, un compuesto organometálico o hidróxidos para formar un lactamato. A continuación, el lactamato inicia una reacción de dos etapas que añade una molécula de lactama a la cadena de polímero. Las lactamas también se pueden polimerizar en condiciones anhidras por medio de un mecanismo catiónico iniciado por medio de ácidos próticos fuertes, sus sales, ácidos de Lewis así como también aminas y amoníaco. Preferentemente, las poliamidas de la presente invención contienen al menos aproximadamente el 85 % en moles de restos alifáticos entre cada unión de amida del polímero y generalmente son denominadas como nailon. Nailon 6, nailon 66, nailon 7, nailon 6,10; nailon 6,12; nailon 12 y copoliamidas, así como también nailon de tipo termoplástico de comercialización común resultan útiles para llevar a cabo las enseñanzas del presente documento.

Otros polímeros termoplásticos con poli(alfa)olefinas, que incluyen homo-, co- y terpolímeros normalmente sólidos de mono-1-olefinas alifáticas (alfa olefinas) como resultan reconocidas de forma general en la técnica. Normalmente, los monómeros empleados en la preparación de dichas poli(alfa)olefinas contienen de 2 a 10 átomos de carbono por molécula, aunque en ocasiones se usan, como comonómeros, monómeros de peso molecular más elevado. También se pueden usar mezclas de los polímeros y copolímeros preparadas mecánicamente o in situ. Ejemplos de monómeros que se pueden emplear en la invención incluyen etileno, propileno, buteno-1, penteno-1, 4-metilpenteno-1, hexeno-1 y octeno-1, solos o en forma de mezcla, o en sistemas de polimerización secuenciales. Ejemplos de polímeros de poli(alfa)olefina termoplásticos preferidos incluyen polietileno, polipropileno, copolímeros de propileno/etileno, polibutileno y sus mezclas. Polietileno y polipropileno son particularmente preferidos para su uso en la invención.

Además de los polímeros termoplásticos anteriores usados para la presente invención, también se pueden añadir aditivos. Dichos aditivos pueden ser agentes anti-estáticos, agentes colorantes (colorantes y pigmentos), agentes de acoplamiento, retardadores de llama, estabilizadores térmicos, estabilizadores de luz, lubricantes, plastificantes y mezclas de una pluralidad de estos.

Vehículo

El vehículo de la presente invención es un "polímero que contiene una cadena de poliéter como unidad constituyente". Este puede ser un copolímero de bloques en el que la cadena de polioxialquileo se encuentra conectada con otra cadena macromolecular, o un polímero en el que las cadenas de polioxialquileo se encuentren unidas por medio de partes de unión. Ejemplos de polioxialquileos del presente documento incluyen polioxietileno, poli(1,2- y 1,3-oxipropileno), polioxitetrametileno, polioxihexametileno, copolímeros de bloques y aleatorios de óxido de etileno y óxido de propileno, y copolímeros de bloques y aleatorios de óxido de etileno y tetrahydrofurano, etc. De manera particularmente preferida, la parte de alquileo presenta 2-4 carbonos, y polioxietileno y polioxitetrametileno con los más preferidos.

Preferentemente, el peso molecular numérico medio del polioxilalquileno se encuentra dentro del intervalo de 300-6000, y más preferentemente de 500-4000.

Dentro de los copolímeros de bloques de poliéter/poliéster de la presente invención, preferentemente se usan los copolímeros de bloques de poliéter/poliéster y los poliéter uretanos como "polímero que contiene una cadena de poliéter como unidad constituyente".

Dentro de la presente invención el copolímero de bloques de poliéter/poliéster es un polímero en el que la cadena de poli(óxido de alquileno) (a) se encuentra unida con una cadena de poliéster (c) que es un polímero de un ácido oxicarboxílico de 6 carbonos o un compuesto dihidroxi de 2 carbonos y un ácido dicarboxílico aromático. Se pueden usar juntos dos o más de los componentes (c) anteriormente mencionados. Estos polímeros se discuten en detalle, por ejemplo, en la memoria descriptiva de la patente de EE.UU. Nº. 4.739.012 (DuPont Co.). Ejemplos comerciales incluyen (DuPont), Pelprene® serie P (Toyobo) y Reuse® (Teijin). Los porcentajes en peso del componente (a) y del componente (c) anteriormente mencionados en el copolímero de bloques usado en la presente invención se pueden decidir de acuerdo con la finalidad y el uso final.

Dentro de la presente invención, un "copolímero de bloques de poliéter/poliamida" es un copolímero en el que una cadena de poli(óxido de alquileno) (a) se encuentra unida con una cadena de poliamida (b) que es un polímero de un ácido aminocarboxílico o una lactama de 6 carbonos o una sal de ácido dicarboxílico y una diamina de 6 carbonos. De manera general, los copolímeros en los que (a) y (b) se encuentran unidos por medio de un ácido dicarboxílico de 4-20 carbonos son denominados amidas de éster de poliéter. Estos polímeros pueden estar fabricados, por ejemplo, por medio del procedimiento de la patente japonesa no examinada 56-45419. Ejemplos comerciales incluyen Pebax® (Elf-Atochem), Ely® (Ems) y Vestamide® (Huls). De acuerdo con la finalidad y el uso final, se pueden escoger los tipos y proporciones del componente de poliamida y del componente de poliéter en los copolímeros de bloques usados en la presente invención.

Como ácidos aminocarboxílicos o lactamas de 6 carbonos o sales de ácido dicarboxílico y una diamina de 6 carbonos del presente documento, preferentemente se usan ácido 11-aminoundecanoico, ácido 12-aminododecanoico, caprolactama, lauro lactama, enatalactama, sale de ácido hexametilén diamino adípico y sal de ácido hexametilén diamino sebácico. También se pueden usar de forma concomitante dos o más de los componentes (a) anteriormente mencionados.

Dentro de la presente invención, "uretano de poliéter" es un poliuretano termoplástico en el que se usa poliéter en forma de segmentos blandos. De manera ordinaria, estos poliuretanos se obtienen haciendo reaccionar un diisocianato orgánico con un poliéter de peso molecular de 500-6000, y de manera opcional sometándolo a aumento de longitud en presencia de un catalizador. Preferentemente, como isocianato, se emplean diisocianato de tolueno y diisocianato de difenilmetano, etc, y como poliéter, se emplean politetrametilenglicol y poli(óxido de propileno), etc.

Dentro de la presente invención, estos copolímeros de bloques de poliéter/poliamida, copolímeros de bloques de poliéter/poliéster y uretanos de poliéter se pueden usar por separado o en forma de mezclas, o en mezclas de dos o más copolímeros de bloques que difieren en cuanto a la proporción de segmentos blandos/segmentos duros en la resina; además, también se pueden emplear mezclas con otras resinas dentro de un intervalo en el cual se consigue la finalidad de la presente invención.

El vehículo preferido es un copolímero de bloques de poliéter/éster mezclado con el polímero termoplástico con una proporción de aproximadamente el 0,5 a aproximadamente al 15 %.

Principio activo

Los principios activos pueden ser compuestos orgánicos tales como fragancias, suavizante de tejido, agente de filtro solar, agente anti-bacteriano, pesticida o insecticida. En particular la invención va destinada a insecticidas.

Preferentemente, el insecticida usado en la emulsión/solución de insecticida (por motivos de seguridad para los humanos) es un miembro de la familia de insecticidas piretroides, que incluye, pero sin limitación, permetrina, deltametrina, ciflurtina, alfaceypermctrina, etofenprox y lambda-cihalotrina. Se pueden usar solos o en combinación. Este grupo de insecticidas es particular eficaz contra el mosquito que transmite la malaria y es relativamente seguro y no tóxico para los humanos. Estas últimas características hacen que estos insecticidas resulten especialmente deseables para su uso en tejidos o prendas de ropa que se encuentran en la proximidad o sobre la piel o el cuerpo.

Permetrina es un piretroide sintético de tercera generación cuyo uso ha sido aprobado por la Agencia de Protección Ambiental (EPA) y la Organización Mundial de la Salud (OMS). Es el constituyente de muchas formulaciones insecticidas para uso doméstico y agrícola y también se ha usado para la impregnación de prendas de campo de uniformes militares. Actualmente, el uso de permetrina en las formulaciones disponibles y en los procedimientos de aplicación se encuentra limitado debido al hecho de que se desprende de los tejidos tratados al tercer o cuarto lavado. La formulación y el procedimiento de aplicación descritos en el presente documento solucionan este serio inconveniente.

Deltametrina es también un insecticida de base piretroide sintético. Es un insecticida único entre los piretroides sintéticos ya que presenta una duración de actividad mucho más prolongada, y su actividad insecticida es mucho mas intensa que la de otros insecticidas disponibles comercialmente. Debido a esta propiedad, las dosificaciones que se requieren para la protección frente a mosquitos son extremadamente reducidas, generalmente dentro del intervalo de 3 a 18 g, lo que convierte a este insecticida en altamente rentable. Deltametrina también resulta ventajoso debido a su actividad persiste a lo largo de un amplio intervalo de temperaturas. La baja toxicidad de esta sustancia química la convierte en particularmente deseable para su uso como parte de prendas de ropa revestidas que se llevan próximas a la piel o que se encuentran cerca de alimentos y similares.

Cipermetrina es otro piretroide sintético que, junto con las formulaciones de concentrado apta para emulsión, es no-fitotóxica y presenta un orden de toxicidad dérmica muy reducido. Está considerado entre los insecticidas piretroides sintéticos menos tóxicos. Alfa-cipermetrina es un derivado racémico de cipermetrina que es mucho más activo que su compuesto parental en cuanto a actividad insecticida.

Como resultará apreciable por parte del experto en la técnica, la formulación de la presente invención no se encuentra limitada a los piretroides anteriormente mencionados. También se pueden usar nuevos piretroides sintéticos tales como ciflutrina y lambda-cihalotrina. Otros insecticidas que se pueden usar solos o en combinación son compuestos de carbamato tales como alanicarb, bendiocarb, carbarilo, isoprocarb, carbosulfano, fenoxicarb, indoxacarb, propuxur, pirimicarb, tiocarb, metomilo, etiofencarb, cartap y xililcarb. También se puede usar otro grupo de insecticidas tales como compuestos organofosforados de acuerdo con la presente invención. Dichos compuestos incluyen fenitrothion, diazinon, piridafention, pirimifos-etilo y metilo, etrimfos, fention, foxim, cloropirifos, cianofos, piraclofos, azemetifos, malation, temefos, dimetoato, formotion y fentoato.

De manera adicional, el experto en la técnica apreciará que es posible usar cualquier insecticida que resulta seguro para los humanos y que presente el nivel de eficacia deseado frente a las plagas.

El nivel de insecticida inicialmente impregnado en el producto fabricado a partir de la mezcla de composición de polímero sintética y vehículo varía dependiendo del insecticida específico usado. El nivel que permanezca después de una serie de lavados todavía debe resultar eficaz como insecticida. El intervalo para los piretroides sintéticos es de 40 a 500 mg de insecticida activo/m².

Mezcla

Se pueden homogeneizar la composición de polímero sintética y el vehículo usando agentes de mezcla comerciales, o alimentándolos en un dispositivo de extrusión a través de tolvas separadas usando un sistema de peso interior o volumétrico para controlar la cantidad de vehículo.

Hilado en masa fundida

El procedimiento de hilado en masa fundida del hilo de multi-filamento resulta conocido en la técnica. A través de un dispositivo de extrusión, se alimenta la mezcla de polímero en masa fundida, a presión elevada, en un alojamiento caliente que alberga el envase de hilado. Se fuerza el polímero en masa fundida filtrado a pasar a través de un número de orificios de hilado proporcionados en una hilera. Los filamentos emergen desde la hilera en forma de manojo. El manojo de filamentos pueden pasar a través de una zona de retardo (caliente o no) antes de la zona de enfriamiento, en la cual el manojo se enfría con aire a temperatura ambiente, que es soplado sobre los filamentos en la dirección transversal a la dirección de movimiento del manojo. Posteriormente, el manojo de filamentos se pone en contacto con la primera unidad de medición en la cual se aplica un lubricante apropiado a los filamentos del manojo de forma usual. Posteriormente, el manojo de multifilamento llega al primero de un conjunto de rodillos de avance para impartir la velocidad correcta al manojo de hilos. La velocidad circunferencial del rodillo de alimentación determinar la velocidad a la cual se hilan los filamentos y, por tanto, es denominada como velocidad de hilado. Una vez que el hilo de multi-filamentos sometido a hilado ha abandonado los rodillos, se enrolla en un envase. La velocidad a la cual se enrolla el hilo es aproximadamente igual a la velocidad de hilado. Una vez que se ha capturado el filamento, se extrae en una máquina por separado en la proporción deseada. En principio, no obstante, la extracción se puede llevar a cabo sobre la máquina de hilado por medio de un procedimiento de extracción-hilado continuo. En el transcurso del procedimiento de hilado-extracción conocido de por sí, objeto de aplicación se proporciona un dispositivo de extracción que consiste en uno o más rodillos de accionamiento entre el prime rodillo de accionamiento y la bobina de enrollado.

El decitex y la cuenta de filamento del hilo dependen del tipo de tejido y de la aplicación pretendida. Valores típicos de decitex se encuentran dentro del intervalo de aproximadamente 40 a 300, y las cuentas de filamento de aproximadamente 1 a 75. La resistencia del hilo debe ser mayor que aproximadamente 35 cN/tex, con una estiramiento hasta rotura mayor de aproximadamente el 20 %. Se miden las propiedades de tracción de acuerdo con ASTM D 2256-02.

Formación de tejido

El tejido a impregnar con el ingrediente activo incluye varios tejidos diferentes y materiales de tipo tejido. En una realización preferida para las redes de mosquitos, el tejido es un material tejido suelto o tricotado de urdimbre. Este

tipo de tejido resulta particularmente útil como red para camas, que consiste en una red dispuesta según una configuración de tipo tienda suelta, del modo más preferido sobre una persona que se encuentra durmiendo, para evitar las picaduras de mosquito durante la noche. Se prefiere un tamaño de malla de la red dentro del intervalo de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 5 mm. El tejido también puede ser tejido o cosido para dar lugar a una

5 variedad de materiales diferentes, incluyendo un producto de prendas de ropa y una tienda para el cubrimiento exterior tal como un toldo o envoltura. El producto de prenda también puede incluir materiales y prendas de ropa de combate para militares. El tejido puede ser tejido para dar lugar a un material que es desechable. Además, el tejido puede adaptarse para conformar la cubierta exterior de un mueble o similar.

10 Una realización particularmente preferida del tejido impregnado con insecticida resulta particularmente útil en una zona en la que la infección por mosquito resulta endémica y la prenda exterior fabricada de un material de tipo red de cama que se puede llevar sobre las prendas convencionales. La prenda exterior proporciona protección frente a los mosquitos durante el día a las personas que practican actividades de paseo, pedestres o agrícolas y similares.

15 Debe apreciarse que el tejido puede construirse para dar lugar a un material de campana o de sombrero con el cual se cubre la cabeza, el cuello y la zona de la cara. Este tipo de material resulta útil para proteger estas zonas del cuerpo altamente vulnerables.

Procedimiento de impregnación

La solución de principio activo o emulsión se aplica al tejido usando procedimientos bien conocidos por los expertos en la técnica, tal como, pero sin limitarse a, sumergiendo el tejido en el interior de la solución una o más veces, mojado el tejido con la solución durante un período de tiempo determinado, o pulverización la solución sobre el

20 tejido. Un procedimiento eficaz consiste en impregnar el principio activo sobre el tejido y a continuación apretar con el fin de controlar la cantidad de principio activo en el tejido. El tejido se lava y se seca. Además, se pueden usar la formulación de la solución de principio activo con una variedad de técnicas de pulverización de aerosol así como también de técnicas de pulverización no basadas en aerosol. Dichos dispositivos de pulverización pueden incluir, pero sin limitarse a, un pulverizador de accionamiento manual y botellas pulverizadoras así como también

25 aplicadores de tamaño industrial.

Procedimientos de ensayo

1. Lavado

Se llevó a cabo el procedimiento de lavado para el ensayo de acuerdo con las recomendaciones de la Organización Mundial de la Salud (OMS): se disuelven seis (6) gramos de jabón de lavandería 1993 American Association of

30 Textile Chemists and Colorists (AATCC) Standard Reference Detergent or L'Amande en 3 litros de agua desionizada. Se añade Na_3PO_4 para ajustar el pH de esta solución de detergente hasta aproximadamente 10. Se pesa la muestra de tejido objeto de lavado, y posteriormente se añade la solución de detergente AATCC previamente preparada a la muestra de tejido en el vaso de precipitados. Se ajusta la cantidad de solución de detergente para que sea 175 veces el peso del tejido. Se coloca el vaso de precipitado en un dispositivo de agitación y se agita durante 10 minutos a temperatura ambiente a aproximadamente 160 movimientos de agitación por minuto.

Se retira la muestra de tejido y, usando un filtro y una mano de mortero, se escurre la solución de la muestra de tejido. Usando una cantidad equivalente de agua desionizada a la de la solución de detergente, se enjuaga la muestra de tejido sobre el dispositivo de agitación durante otros 10 minutos y posteriormente se repite el ciclo de enjuague. Entre los dos ciclos de enjuague, no se usa el tratamiento de filtro y mano de mortero. Después de los dos enjuagues, se usan el filtro y la mano de mortero para escurrir el agua de la muestra de tejido y posteriormente se

40 usan toallitas de papel para secar la muestra de tejido. A continuación, se coloca la muestra de tejido en un horno a vacío a 100 °C durante 10 minutos.

2. Principio activo

Se determina la concentración de principio activo en el producto como se muestra a continuación. Se extrajo el principio activo de una sección pesada del producto con un disolvente apropiado, sobre el cual se había añadido una cantidad conocida de estándar interno. Se agita el frasquito que contenía el producto y el disolvente a temperatura ambiente durante 18 horas. Se analizó una muestra de esta solución por medio de cromatografía de gases para determinar el contenido de principio activo. Este se expresa como % en peso del producto, o mg de principio activo/g del producto.

50 En el caso de insecticidas, el disolvente es diclorometano y el estándar internos una solución de octacosano en tolueno.

La presente invención se ilustra más por medio de los ejemplos no limitantes, que en ningún caso se pretende que sean interpretados como limitaciones de su alcance.

Ejemplos

Ejemplo 1

Se sometió a hilado en masa fundida una mezcla de polímero de nailon 66 que contenía aproximadamente el 5 % en peso de un copolímero de bloques de poliéter/éster (HYTREL® 3078, DuPont Wilmington DE, EE.UU.) y se extrajo para dar un hilo de 111 dtex con 17 filamentos. Se tricotó de forma circular este hilo para dar lugar a un hilo exterior flexible. Se trataron 13,7 gramos de este tejido en 549 mililitros de emulsión de lambda-cihalotrina del 0,05 % a 100 °C durante 10 min. Se preparó la emulsión añadiendo insecticida de lambda-cihalotrina sobre agua desionizada. Se enjuagó la muestra de tejido y se secó en un horno de vacío a 100 °C durante 10 minutos. La cantidad de lambda-cihalotrina medida sobre el tejido antes del lavado fue de 0,39 por ciento en peso. Posteriormente, se lavó la muestra 30 veces de acuerdo con el procedimiento de lavado de la Organización Mundial de la Salud (OMS) descrito anteriormente. Se midió la cantidad de lambda-cihalotrina en el tejido tras 5, 10, 20 y 30 lavados y los resultados se recogen en la Tabla 1.

Ejemplo 2

Se preparó un tejido y se sometió a ensayo siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1. El tejido contenía hilos de 111 dtex con 17 filamentos y se preparó una mezcla de nailon 66 y 15 por ciento en peso de un copolímero de bloques de poliéter/éster (HYTREL® 3078). Se trataron 15,2 gramos de este tejido en 608 mililitros de emulsión de lambda-cihalotrina del 0,03 % a 100 °C durante 10 min. Se preparó la emulsión añadiendo solución de lambda del 13,1 % sobre agua desionizada. Se enjuagó la muestra de tejido y se secó en un horno de vacío a 100 °C durante 10 minutos. La cantidad de lambda-cihalotrina medida sobre el tejido antes del lavado fue de 0,61 por ciento en peso. Se midió la cantidad de lambda-cihalotrina en el tejido tras 5, 10, 20 y 30 lavados y los resultados se recogen en la Tabla 1.

Ejemplo 3

Se preparó un tejido y se sometió a ensayo siguiendo el procedimiento del Ejemplo 1. El tejido contenía hilos de 111 dtex con 17 filamentos y se preparó una mezcla de nailon 66 y 5 por ciento en peso de un copolímero de bloques de poliéter/éster (HYTREL® 3078). El peso del tejido fue de 11,64 gramos, y se trató en 465,6 mililitros de una emulsión de lambda-cihalotrina del 0,03 % en agua desionizada a 100 °C durante 10 min. Se enjuagó la muestra de tejido y se secó en un horno de vacío a 100 °C durante 10 minutos. Se lavó la muestra 5 veces usando el procedimiento de lavado de la OMS descrito anteriormente. La cantidad de lambda-cihalotrina medida sobre el tejido antes del lavado fue de 0,22 por ciento en peso. Se midió la cantidad de lambda-cihalotrina en el tejido tras 5 lavados y los resultados se recogen en la Tabla 1.

Tabla 1. Retención lambda en tejido de nailon 6,6 que contenía copolímero de poliéter-éster

Ejemplo	Poliéter-éster, % en peso	Retención lambda en el tejido tras lavados, % en peso				
		0 lavados	5 lavados	10 lavados	20 lavados	30 lavados
1	5	0,39	0,19	0,15	0,10	0,08
2	15	0,61	0,46	0,47	0,45	0,45
3	5	0,22	0,14	0,11	0,09	0,07
Comp. 1	0	0,15	0,005	0,002	n.m.	n.m.
n.m. - no medido						

Ejemplo 4

Se sometió a hilado en masa fundida una mezcla de polímero de poli(tereftalato de etileno) (PET) que contenía aproximadamente el 5 % en peso de un copolímero de bloques de poliéter/éster (HYTREL® 3078, DuPont Wilmington DE, EE.UU.) y se extrajo para dar un hilo de 111 dtex con 17 filamentos. Se tricotó de forma circular este hilo para dar lugar a un hilo exterior flexible. Se trató el tejido en emulsiones de lambda-cihalotrina diferentes concentraciones a reflujo durante 20 minutos. Se preparó la emulsión añadiendo insecticida de lambda-cihalotrina sobre agua desionizada. Se enjuagaron las muestras y se secaron en un horno de vacío a 100 °C hasta sequedad, posteriormente se lavaron 30 veces de acuerdo con el procedimiento de lavado de la Organización Mundial de la Salud (OMS) descrito anteriormente. Se midió la cantidad de lambda-cihalotrina en el tejido tras 5, 10, 20 y 30 lavados y los resultados se recogen en la Tabla 2.

Tabla 2. Retención lambda en PET que contenía copolímero de poliéter-éster

Ejemplo	Emulsión lambda, % en peso	Retención lambda en el tejido tras lavados, % en peso				
		0 lavados	5 lavados	10 lavados	20 lavados	30 lavados
Serie 82	0,025	0,844	0,422	0,290	0,107	0,112
Serie 81	0,050	1,397	0,832	0,484	0,257	0,120
Serie 80	0,100	2,222	1,292	0,601	0,197	0,161
PET contiene 5 % de poliéter-éster						

Ejemplo Comparativo 1

Se preparó un tejido y se sometió a ensayo siguiendo el mismo procedimiento del Ejemplo 1. En este ejemplo no se añadió copolímero de bloques de poliéter/éster. Este tejido de nailon 66 contenía hilos de 111 dtex y 17 filamentos. Se trataron 8,8 gramos de este tejido de nailon en 352 gramos de emulsión de lambda-cihalotrina del 0,03 % a 100 °C durante 10 minutos. Se enjuagó el tejido y se secó a 100 °C en un horno de vacío durante 10 minutos. Antes del lavado esta muestra contenía 0,15 por ciento en peso de lambda-cihalotrina. La cantidad de lambda-cihalotrina después de 5 lavados se muestra en la Tabla 1.

El Ejemplo de la invención retiene al menos el 0,04 % en peso de lambda-cihalotrina tras 30 lavados. Esto es más que la cantidad mínima eficaz de 0,04 %, que corresponde a 20 mg/m² del tejido, que es la cantidad recomendada por la OMS para lambda-cihalotrina.

Ejemplo 5

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1 con copolímeros de bloques de poliéter/éster que contenían un % en moles diferente de éster y éter. Se midió la cantidad de lambda-cihalotrina después de cada ciclo en el resto de éster basándose en poli(tereftalato de butileno) y el resto de éter basado en éter de tetrametilenglicol (PTMEG), y los resultados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3.

Vehículo	Segmento de éter % en moles	Lambda-cihalotrina, % en peso. Número de lavados					
		0	1	2	3	4	5
Hytrel® 7246	20	1,05	0,15	0,12	0,10	0,10	0,08
Hytrel® 5556	40	1,05	0,28	0,22	0,20	0,19	0,17
Hytrel® 3078	60	0,98	0,37	0,32	0,31	0,30	0,27

Resulta evidente a partir del presente ejemplo que el polímero que contiene la cadena de poliéter como unidad constituyente es un vehículo eficaz.

Ejemplo 6

Se ha preparado el copolímero de bloques de poliéter/éster basado en PET usando poli(dioles de éter) del 3 % en peso. Estos incluyen poli(glicoles de etileno) de peso molecular 450 y 1500, así como también dioles de PTMEG de peso molecular 650, 2000 y mezclas de PEG y PTMEG.

Ejemplo 7

Se prepararon fibras (111 dtex, 17 filamentos) a partir de una mezcla de polímeros de nailon 66 con un copolímero de bloques de poliéter/éster del 8 % en peso (Hytrel® 3078) y a partir de una mezcla de polímeros de PET con copolímero de bloques de poliéter/éster del 5 % en peso (Hytrel® 3078). Se tricataron los tejidos, y se trataron 11,6 gramos de cada tejido en 465 gramos de emulsión de lambda-cihalotrina del 0,2 % a 100 °C durante 20 minutos. Se enjuagaron los tejidos y se secaron a 100 °C en un horno de vacío durante 10 minutos. La cantidad de lambda-cihalotrina tras el lavado se expresa en la Tabla 4.

Tabla 4.

Polímero termoplástico	Retención lambda en el tejido tras lavados, % en peso				
	0	5	10	20	30
Nailon	1,87	0,74	0,69	0,65	0,62
Poliéster	1,56	1,43	1,18	0,91	0,55

Este Ejemplo muestra que PET es un polímero termoplástico mejor que nailon 66 para la estabilidad frente al lavado con insecticida.

5 Ejemplo 8

Se llevó a cabo un bio-ensayo de eficacia del tratamiento con lambda-cihalotrina usando tejidos preparados a partir de una mezcla de polímeros de poli(tereftalato de etileno) (PET) que contenía aproximadamente el 5 % en peso de un copolímero de bloques de poliéter/éster (HYTREL® 3078, DuPont Wilmington DE, EE.UU.); se sometió a hilado en masa fundida y se extrajo para dar un hilo de 111 dtex con 17 filamentos. Se usó este hilo para preparar las muestras de tejido. Se trató cada tejido en emulsiones de lambda-cihalotrina a diferentes concentraciones a refluo durante 20 minutos. Se preparó esta emulsión como se ha descrito anteriormente. Se enjuagaron las muestras de tejido (10 cm por 10 cm) y se secaron a 100 °C en un horno de vacío hasta sequedad, posteriormente se lavaron varias veces de acuerdo con el procedimiento de lavado de la Organización Mundial de la Salud (OMS) descrito anteriormente. El bioensayo para evaluar la eficacia consistió en exponer las muestras de tejidos, durante 3 minutos, a mosquitos adultos de 5 días de edad, no alimentados con sangre (*Culex quinquefasciatus*; una variedad de referencia conocida como: "S-LAB"). Se llevaron a cabo cinco replicas de exposición con 5 mosquitos S-LAB sobre cada tejido de muestra, es decir, 25 mosquitos por cada muestra. Los mosquitos expuestos a los tejidos de muestra no tratados comprendieron los controles. El bioensayo se llevó a cabo a 25 +/- °C y 75 +/- 10 % de humedad relativa.

Los resultados del bioensayo quedan recogidos en la Tabla 5. El porcentaje de mortalidad de los mosquitos de la variedad de referencia de S-LAB es de al menos el 80 % incluso tras 30 lavados sobre las muestras tratadas con al menos la emulsión de lambda-cihalotrina del 0,025 %.

Tabla 5.

Número de muestra	Nº. de lavados	% de lambda cihalotrina en la emulsión de tratamiento	Composición de la fibra	% "S-LAB" mortalidad (bioensayo)
105715-80-30	30	0,2	5 %HYTREL®3078 en PET	100 %
105715-80-20	20	0,1	"	85 %
105715-81-0	0	0,05	"	100 %
105715-81-5	5	0,05	"	96 %
105715-81-10	10	0,05	"	100 %
105715-81-20	20	0,05	"	100 %
105715-82-20	20	0,025	"	100 %
105715-82-30	30	0,025	"	80 %
105715-83-20	20	0,025	PET control	0 %
105715-83-30	30	0,025	PET control	8 %
S113	0	0,0	PET blanco	0 %

Ejemplo 9

Se llevó a cabo un tratamiento de N,N-diethyl toluamida (con frecuencia denominada repelente de insectos "DEET") de tejido de nailon (TACTEL®) que contenía fibra de poliuretano del 24,7 % (LYCRA®) para examinar la retención de

DEET sobre el tejido tras el lavado. Se trató una muestra de tejido que contenía 3,8 gramos de fibra de nailon/poliuretano en 152 gramos de emulsión de DEET del 0,5 % a 100 °C durante 20 minutos. Se enjuagó la muestra y se secó al aire. Se lavó la muestra 10 veces usando el procedimiento estándar de lavado de AATCC. Tras el lavado, se evaluó que la presente muestra presentaba un olor igual de intenso que la muestra de control. El procedimiento instrumental de análisis por medio de cromatografía de gases (CG) de las muestras preparadas mostró una buena retención del repelente sobre el tejido como se recoge en la Tabla 6.

Tabla 6.

Retención de DEET sobre el tejido por medio de Cromatografía de Gases	
Ciclos de lavado (AATCC 135 Std.)	% de DEET en peso sobre el tejido
0	3,78
5	3,05
10	2,46

Ejemplo 10

Parte 1

Se llevó a cabo un tratamiento con fragancia sobre un tejido de nailon que contenía el 24,7 % de fibra de poliuretano con la fragancia *Dynascone 10* (disponible en MOELLHAUSEN S.p.A.; Via Torri Bianche, 9; 20059, Vimercate (MI), Italia, CAS:56973-85-4). En este procedimiento, se añadió una muestra de tejido de 3 gramos, idéntica a la del Ejemplo 9, sobre una mezcla de *Dynascone 10* en agua desionizada. Se usó una pequeña cantidad de tensioactivo, Emcol® 4500 del 2 % (Chemtura Corporation, Middlebury CT, EE.UU.) para contribuir a disolver la *Dynascone 10*. Se calentó la mezcla entre 90-100 °C durante 20 minutos. Se retiró la muestra de tejido y se enjuagó con agua desionizada y se secó al aire. La muestra de tejido contenía el 40 % de *Dynascone 10* después de ser lavada diez veces usando el procedimiento de lavado de AATCC 135. El intenso olor de *Dynascone 10* resultó evidente para la persona. Se midió la retención de *Dynascone 10* sobre el tejido usando análisis de CG. La Tabla 7 muestra los resultados.

Tabla 7

Retención de Dynascone 10 sobre el tejido por medio de Cromatografía de Gases	
Ciclos de lavado (AATCC 135 Std.)	% de Dynascone 10 en peso sobre el tejido
0	5,20
5	4,15
10	3,43

Parte 2

Se llevó a cabo un tratamiento con fragancia sobre un segundo tejido de nailon. Se pesó la muestra de tejido de nailon (TACTEL®) que contenía HYTREL® 3078 del 12 % y se añadió sobre *Dynascone 10* en el interior de agua desionizada, preparado como se ha mostrado previamente. Se agitó la mezcla de forma vigorosa y se añadió lentamente un tensioactivo aniónico (DOW FAX® 2A1; DOW Chemical Co., Norte América) para emulsionar el *Dynascone 10*. Se añadió la muestra de tejido a esta emulsión, se calentó hasta ebullición y se mantuvo en ebullición durante 20 minutos. Se retiró la muestra y se apretó usando un mango de mortero para escurrir el exceso de líquido. Se introdujo la muestra de tejido en una cantidad de agua desionizada equivalente a 40 veces su peso y se agitó durante 2 minutos a temperatura ambiente. Se retiró la muestra de tejido y se apretó usando un mango de mortero para escurrir el exceso de líquido. Se lavó esta muestra de tejido usando el procedimiento de AATCC 135 y se midió la retención de *Dynascone 10* por medio de un procedimiento de CG como se ha mostrado anteriormente. La Tabla 8 muestra los resultados del análisis de CG.

Tabla 8.

Retención de Dynascone 10 sobre el tejido por medio de Cromatografía de Gases	
Ciclos de lavado (AATCC 135 Std.)	% de Dynascone 10 en peso sobre el tejido
0	2,15
5	1,09
10	0,324

Parte 3

Se llevó a cabo un tratamiento con fragancia sobre un tejido de poliéster (poli(tereftalato de etileno) o PET). Se pesó la muestra de tejido de PET que contenía HYTREL® 3078 del 12 % y se añadió sobre Dynascone 10 en el interior de agua desionizada, preparado como se ha mostrado previamente. Se agitó la mezcla de forma vigorosa y se añadió lentamente un tensioactivo aniónico (DOW FAX® 2A1; DOW Chemical Co., Norte América) para emulsionar el Dynascone 10. Se añadió la muestra de tejido a esta emulsión, se calentó hasta ebullición y se mantuvo en ebullición durante 20 minutos. Se retiró la muestra y se apretó usando un mango de mortero para escurrir el exceso de líquido. Se introdujo la muestra de tejido en una cantidad de agua desionizada equivalente a 40 veces su peso y se agitó durante 2 minutos a temperatura ambiente. Se retiró la muestra de tejido y se apretó usando un mango de mortero para escurrir el exceso de líquido. Se lavó esta muestra de tejido usando el procedimiento de ATTCC 135 y se midió la retención de Dynascone 10 por medio de un procedimiento de CG como se ha mostrado anteriormente. La Tabla 9 muestra los resultados del análisis de CG.

Tabla 9

Retención de Dynascone 10 sobre el tejido por medio de Cromatografía de Gases	
Ciclos de lavado (AATCC 135 Std.)	% de Dynascone 10 en peso sobre el tejido
0	2,96
5	1,68
10	0,89

De este modo, resulta evidente que, de acuerdo con las enseñanzas del presente documento, se proporciona una composición resistente al lavado, y productos de la misma, que contiene principios activos que satisfacen por completo los objetivos y ventajas explicados anteriormente. Al tiempo que se ha descrito la invención junto con sus realizaciones específicas, está claro que, a la vista de la memoria descriptiva anterior, muchas alternativas, modificaciones y variaciones resultarán evidentes para los expertos en la técnica. Por consiguiente, se pretende englobar todas las alternativas, modificaciones y variaciones ya que se encuentran dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar un producto apropiado como vehículo para principios activos, que comprende:
- 5 mezclar un polímero termoplástico que se escoge entre poliéster, policarbonato, poli(alfa)olefina y poliamida con un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente, en el que dicho polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente es un polioxialquileno o un copolímero de bloques de poliéter con una amida, éster o uretano;
- 10 formar una pluralidad de fibras a partir del polímero termoplástico mezclado con un polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente;
- formar un producto a partir de la pluralidad de fibras; y
- tratar el producto con una solución del principio activo escogido entre fragancia, suavizante de tejido, agente de filtro solar, agente antibacteriano, pesticida e insecticida,
- en donde producto tratado comprende más del 0,1 % en peso del principio activo como se determina en la memoria descriptiva tras cinco ciclos de lavado, aplicar el procedimiento de ensayo que se especifica en la memoria descriptiva usando el Detergente de Referencia Estándar de AATCC.
- 15 2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el dicho polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente es un copolímero de bloques de poliéter/éster.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho insecticida se escoge entre el grupo que consiste en piretroides sintéticos, compuestos de carbamato, compuestos organofosforados y sus mezclas.
- 20 4. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que dicho polímero que contiene una cadena de poliéter como constituyente comprende del 0,5 al 15 % en peso de la composición total.
5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que dicho principio activo comprende una cantidad del 0,05 al 3 % en peso de la composición total.