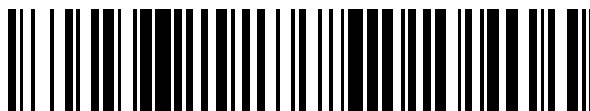


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 441 119**

51 Int. Cl.:

C11D 3/00 (2006.01)

C11D 9/10 (2006.01)

C11D 11/00 (2006.01)

D06M 13/188 (2006.01)

C11D 3/37 (2006.01)

C11D 1/04 (2006.01)

D06M 15/643 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.11.2009 E 09795354 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2013 EP 2358854**

54 Título: **Método y composición para el tratamiento de un sustrato**

30 Prioridad:

16.12.2008 IN MU26222008

04.09.2009 IN MU20262009

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

31.01.2014

73 Titular/es:

UNILEVER NV (100.0%)

Weena 455

3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

DAS, SOMNATH;

PRAMANIK, AMITAVA;

RAMAN, SRINIVASA, GOPALAN y

SARKAR, ARPITA

74 Agente/Representante:

PÉREZ BARQUÍN, Eliana

ES 2 441 119 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Método y composición para el tratamiento de un sustrato

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un método y una composición para el tratamiento de un sustrato. En particular se refiere a un método y una composición para el tratamiento de un sustrato de tela para impartir repelencia de suciedades acuosas y oleosas.

10

Antecedentes y técnica anterior

De ningún modo debe considerarse que cualquier análisis de la técnica anterior en toda la memoria descriptiva sea una admisión de que dicha técnica anterior es ampliamente conocida o forma parte del conocimiento general común en el campo.

15

Los métodos de limpieza convencionales hacen referencia a la limpieza eficaz de las suciedades de las telas. Algunas formulaciones de limpieza incluyen agentes de liberación de suciedad que hacen que sea más fácil limpiar las suciedades oleosas de las telas. Sin embargo, las formulaciones de limpieza convencionales no ayudan mucho en la reducción del subsiguiente ensuciado posterior al lavado de la tela.

20

Por otra parte, se conocen varios tratamientos industriales para la modificación de la tela que hacen que la tela se vuelva hidrófoba disminuyendo la energía de superficie o proporcionando una textura de superficie con una rugosidad óptima o por una combinación de ambos enfoques. Normalmente, la modificación de la tela de este tipo se lleva a cabo durante la fabricación de la tela e implica procesos de elaboración usando productos químicos caros tales como fluoropolímeros. Además, estos procesos son relativamente difíciles de usar de forma conveniente en los hogares.

25

Por tanto, existe una necesidad no satisfecha de obtener un método de tratamiento de telas que se pueda usar en los hogares para la reducción de la subsiguiente suciedad de las telas.

30

Un método de este tipo, divulgado en la solicitud pendiente de trámite 1691/MUM/2007 (Hindustan Unilever Limited), es un método en múltiples etapas de tratamiento de una tela con un compuesto de metal alcalinotérreo, titanio o cinc, con un compuesto soluble en agua de aluminio, y con jabón C8-C24, en presencia de un vehículo acuoso. Sin embargo, el método de múltiples etapas divulgado en ese documento es relativamente menos conveniente y relativamente menos fácil de usar. Además, para que el método se use de forma eficaz, se debe comunicar al usuario final que aplique los ingredientes a la tela de manera gradual. Puede que los usuarios finales no tengan un nivel de educación adecuado para seguir las instrucciones de forma correcta y existe una necesidad de obtener un método de una única etapa para impartir hidrofobicidad y reducir la subsiguiente limpieza.

35

Es un objetivo de la presente invención superar o mejorar al menos una de las desventajas de la técnica anterior, o proporcionar una alternativa útil.

40

Uno de los objetivos de la presente invención es proporcionar un método de tratamiento de una tela para proporcionar repelencia tanto para manchas como para suciedades oleosas y acuosas.

45

Uno de los objetivos de la presente invención es proporcionar un método de tratamiento de una tela para hacer que las telas se vuelvan relativamente más hidrófobas.

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un método de tratamiento de una tela para impartir a la tela una resistencia a las manchas relativamente mejor.

50

Otro objetivo más de la presente invención es proporcionar un método de tratamiento de tela que mejore la subsiguiente limpieza de las telas.

Otro objetivo más de la presente invención es proporcionar un método en una única etapa para impartir a una tela hidrofobicidad y resistencia a las manchas.

55

Los inventores de la presente invención han descubierto sorprendentemente que se puede impartir a un sustrato hidrofobicidad y resistencia a las manchas poniendo en contacto el sustrato con jabón y un compuesto soluble en agua de metal trivalente o tetravalente en presencia de agua en un intervalo específico de pH, mientras que la adición adicional de un aceite de silicona cuaternaria imparte repelencia a suciedades oleosas.

60

Sumario de la invención

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un método de tratamiento de un sustrato que comprende la etapa de poner en contacto el sustrato con un componente acuoso que comprende agua y una

65

composición que comprende:

(a) un jabón de un 0,001 a un 0,5 % en peso del componente acuoso, y

5 (b) poli(cloruro de aluminio) de un 0,001 a un 0,5 % en peso del componente acuoso;

en la que el pH del componente acuoso es menor que 6.

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona una composición para el tratamiento de un sustrato que comprende:

(a) un jabón de un 10 a un 90 %,

15 (b) poli(cloruro de aluminio) de un 10 a un 90 % de, y

(c) un agente modificador de pH de un 0 a un 20 %;

en la que el pH de la composición en agua de un 1 % en peso es menor que 6.

20 Estos y otros aspectos, características y ventajas serán evidentes para los expertos en la técnica a partir de una lectura de la siguiente descripción detallada y de las reivindicaciones adjuntas. Para evitar cualquier duda, se puede utilizar cualquier característica de un aspecto de la presente invención en cualquier otro aspecto de la invención. Se pretende que el término "que comprende" signifique a "que incluye" pero no necesariamente "que consiste en" o "compuesto de". En otras palabras, no es necesario que las etapas u opciones enumeradas sean exhaustivas. Cabe señalar que los ejemplos dados en la descripción a continuación están destinados a aclarar la invención y no están destinados a limitar la invención a esos ejemplos per se. De forma similar, todos los porcentajes son porcentajes de peso/ peso a menos que se indique de otro modo. Excepto en los ejemplos comparativos y de operación, o donde se indique explícitamente de otro modo, se debe entender que todos los números en esta descripción que indican cantidades de material o condiciones de reacción, propiedades físicas de materiales y/o uso, están modificados por la palabra "aproximadamente". Se entiende que los intervalos numéricos expresados en el formato "de x a y" incluyen x e y. Cuando para una característica específica se describen múltiples intervalos preferentes en el formato "de x a y", se entiende que también están contemplados todos los intervalos que combinan los diferentes puntos finales.

35 Descripción detallada de la invención

El sustrato

El método de la presente invención se puede usar para tratar sustratos de metal, vidrio, cerámica, tela y papel. Preferentemente, el sustrato es una tela, papel o vidrio. Más preferentemente, el sustrato es una tela. La tela que se puede tratar incluye textiles sintéticos así como naturales. Las telas pueden estar fabricadas de algodón, polialgodón, poliéster, seda o nailon. Se prevé que el método de la presente invención se pueda usar para tratar prendas y otros materiales de las prendas de vestir y ropas que forman la carga de lavado típica en la colada de los hogares. Los materiales domésticos que se pueden tratar de acuerdo con el proceso de la presente invención incluyen, pero no se limitan a, colchas, mantas, alfombras, cortinas y tapicería. Aunque el proceso de la presente invención se describe principalmente para el tratamiento de una tela, se prevé que el proceso de la presente invención se pueda usar de forma ventajosa para tratar otros materiales tales como yute, tela vaquera y lona. Se prevé que el proceso de la presente invención se pueda usar para tratar artículos tales como zapatos y chaquetas.

El jabón

50 El sustrato está en contacto con una composición que comprende jabón. El jabón es preferentemente jabón C8-C24, más preferentemente jabón C10-C20 y lo más preferentemente jabón C12-C16.

El jabón puede o no tener uno o más dobles enlaces o triples enlaces carbono-carbono. El índice de yodo del jabón, que es indicativo del grado de insaturación, es preferentemente menor que 20, más preferentemente menor que 10, y lo más preferentemente menor que 5. Es particularmente preferente el jabón saturado que no tiene dobles enlaces o triples enlaces carbono-carbono.

60 El jabón puede ser soluble en agua o insoluble en agua. Los ejemplos no limitantes de jabones solubles en agua que se pueden usar de acuerdo con la presente invención incluyen laurato de sodio, caprilato de sodio y miristato de sodio.

El jabón es preferentemente de un 0,0005 a un 0,5 %, más preferentemente entre un 0,001 a un 0,5 % lo más preferentemente entre un 0,001 a un 0,2 % en peso del componente acuoso.

65 La cantidad del jabón es preferentemente de 0,0001 a 25, más preferentemente de 0,001 a 10 mg por cm² del área de sustrato.

El compuesto soluble en agua de metal trivalente

5 El sustrato está en contacto con una composición que comprende un compuesto soluble en agua de metal trivalente. El término compuesto soluble en agua, como se usa en el presente documento, significa un compuesto que tiene una solubilidad de al menos 0,05 g por 100 g de agua a 25 °C.

10 La solubilidad del compuesto soluble en agua de metal trivalente es preferentemente mayor que 0,1, más preferentemente mayor que 1 y lo más preferentemente mayor que 5 g por 100 g de agua a una temperatura de 25 °C.

15 Preferentemente, el compuesto soluble en agua es de metal trivalente. El metal trivalente es aluminio.

20 El compuesto soluble en agua es preferentemente de un 0,0005 a un 0,5 %, más preferentemente entre un 0,001 a un 0,5 % lo más preferentemente entre un 0,001 a un 0,2 % en peso del componente acuoso. El % en peso del compuesto soluble en agua es en base anhidra.

25 La cantidad del compuesto soluble en agua de metal trivalente es preferentemente de 0,0001 a 25, más preferentemente de 0,001 a 10 mg por cm² del área de sustrato.

30 La proporción en peso del compuesto soluble de metal trivalente con respecto al jabón es preferentemente de 1:10 a 10:1, más preferentemente de 1:5 a 5:1, y lo más preferentemente de 1:2 a 2:1.

35 El compuesto de metal trivalente puede ser ácido o alcalino. El compuesto ácido preferente es sal de ácido mineral de metal trivalente. Algunos ejemplos de compuestos ácidos son nitrato, cloruro y sulfato. Se pueden usar compuestos alcalinos siempre que se reduzca el pH por el uso de un modificador de pH. El compuesto alcalino preferente incluye aluminato de metal alcalino. El aluminato de sodio es particularmente preferente. Es preferente que la proporción molar de Na₂O con respecto a Al₂O₃ en el aluminato de sodio es de 1,5:1 a 1:1, más preferentemente de 1,3:1 a 1:1 y lo más preferentemente de 1,25:1 a 1,1:1. Algunos compuestos de aluminio solubles en agua particularmente preferentes incluyen poli(cloruro de aluminio) y poli(sulfato de aluminio). Los compuestos de aluminio insolubles en agua como arcillas, alúmina e hidróxido de aluminio están excluidos del alcance de la presente invención.

40 Es preferente que la concentración logarítmica del total de especies catiónicas trivalentes solubles sea mayor que -6. Es particularmente preferente que cuando el metal trivalente es aluminio o hierro, la concentración logarítmica del total de especies catiónicas trivalentes solubles es mayor que -6. La concentración logarítmica del total de especies catiónicas trivalentes solubles depende de la concentración de la sal soluble y del pH y se puede determinar por un experto en la técnica a partir de diagramas de solubilidad. (Por ejemplo, véase Gregory y Duan, Pure Appl. Chem., vol. 73, n.º 12, p. 2017-2026, 2001 para diagramas de solubilidad para el aluminio y el hierro).

Repelencia de suciedades oleosas

45 Para proporcionar adicionalmente la repelencia de manchas y suciedades oleosas, la composición puede comprender además un aceite de silicona cuaternaria, por ejemplo PDMS (poli(dimetilsiloxano)). Este aceite de silicona cuaternaria puede estar presente en las composiciones en una concentración de menos de un 40 % en peso. La composición comprende preferentemente menos de un 35 % en peso, más preferentemente incluso menos de un 30 % en peso, pero preferentemente más de un 0,5 % en peso, más preferentemente más de un 10 % en peso. Típicamente, la silicona cuaternaria, cuando se usa, está presente en el licor de lavado en una concentración de menos de 5 g/l, más preferentemente de menos de 2g/l, o incluso de menos de 1 g/l. Típicamente, la composición está presente en una concentración de más de 0,01g/l, más preferentemente más de 0,05 g/l, o incluso más de 0,1g/l.

50 El aceite de silicona cuaternaria puede estar presente en la composición como es, o en forma inmovilizada (por ejemplo, en forma de un gránulo o una cápsula). El aceite de silicona cuaternaria también se puede añadir al licor de lavado por separado.

El agente modificador de pH

55 Es esencial que se mantenga el pH del componente acuoso en un valor menor que 6. El pH del componente acuoso es preferentemente mayor que 1.

60 El pH de los componentes acuosos está preferentemente por debajo del punto isoeléctrico.

65 Cuando el metal trivalente es aluminio, titanio, hierro o bismuto, el pH del componente acuoso está preferentemente entre 2 y 6.

70 Cuando el metal trivalente es hierro, el pH del componente acuoso está más preferentemente entre 1 y 3,5.

75 Cuando el metal trivalente es titanio, el pH del componente acuoso está más preferentemente entre 1 y 3.

Un experto en la técnica sabe seleccionar un agente modificador de pH dependiendo del pH deseado del componente acuoso y el pH de la composición en ausencia del agente modificador de pH. En consecuencia, el agente modificador de pH puede ser ácido o alcalino. Los agentes modificadores de pH ácidos incluyen tanto ácidos inorgánicos como orgánicos. Los agentes modificadores de pH alcalinos incluyen tanto bases inorgánicas como orgánicas. Los agentes modificadores de pH alcalinos preferentes se seleccionan de carbonatos, bicarbonatos, polifosfatos e hidróxidos de metal alcalino.

Cuando el sustrato es una tela, la proporción de agua con respecto a la tela es preferentemente mayor que 3, más preferentemente mayor que 5 y lo más preferentemente mayor que 10.

Otros ingredientes en la composición

La composición puede comprender ingredientes usados comúnmente tales como un agente fluorescente, conservante, perfume, y colorantes matizantes.

La composición para el tratamiento de un sustrato

La composición sólida para el tratamiento de un sustrato que comprende:

- (a) un jabón de un 10 a un 90 %,
- (b) poli(cloruro de aluminio) de un 10 a un 90 %, y
- (c) un agente modificador de pH de un 0 a un 20 %;

en la que el pH de la composición en agua de un 1 % en peso es menor que 6.

Un experto en la técnica sabe seleccionar un agente modificador de pH y su cantidad en la composición para mantener el pH de la composición en agua de un 1 % en peso en un valor menor que 6. El agente modificador de pH no es esencial en el caso en el que el pH de la composición de un 1 % en peso que comprende (a) y (b) sin el agente modificador de pH sea menor de 6.

Ejemplos

La invención se demostrará ahora con ejemplos. Los ejemplos son solamente con el propósito de ilustración y no limitan el alcance de la invención de ningún modo.

Tratamiento de un sustrato de tela

Se prepararon los componentes acuosos añadiendo composiciones que comprenden jabón y un compuesto soluble en agua de metal (divalente, trivalente o tetravalente) a agua. Se añadió gota a gota el agente modificador de pH hasta conseguir los valores específicos de pH. Se determinó la concentración logarítmica de las especies catiónicas solubles a partir del pH y la concentración de compuestos solubles en agua usando los diagramas de solubilidad. Se usaron muestras de tela (10 cm por 10 cm) de algodón/polialgodón/poliéster sin apresto (Bombay Dyeing, India) y se informa de los resultados experimentales en base a 5 muestras de tela, a menos que se indique de otro modo. Se sumergieron las muestras de tela en las mezclas en una proporción de agua con respecto a tela de aproximadamente 10.

Evaluación de la hidrofobicidad de la tela (HF)

Se deja caer una gotita de agua sobre una tela mantenida en horizontal desde una altura de ~ 2 cm y se estudia el comportamiento de la gotita y se dan las clasificaciones como se tabulan a continuación.

Tabla 1: Clasificaciones de hidrofobicidad

Tiempo que tarda la gotita en absorberse en la tela	Clasificación de hidrofobicidad
Tela no mojada hasta 10 segundos después del contacto	Superhidrófobo (S)
Tela no mojada hasta 5 segundos después del contacto. La tela se moja en entre 5 y 10 segundos	Hidrófobo (H)
Tela mojada en menos de 5 segundos después del contacto	Absorción (A)

Evaluación de la repelencia de manchas (RM) de las telas

Se mantiene una tela de 10 x 10 cm² en un ángulo de ~ 70° con respecto a la horizontal. Se deja caer una gota de mancha de té en la tela desde una altura de ~ 2 cm. Si la mancha de té forma una gota o sale rodando de la tela, se

ES 2 441 119 T3

considera que es repelente de manchas. Si la mancha se absorbe en las telas, se considera que no es repelente de manchas.

Resultados experimentales

5

Los resultados de la evaluación de hidrofobicidad y resistencia a manchas para varias composiciones junto con los detalles de las composiciones se tabulan en las tablas 2-5 a continuación:

Tabla 2: Compuestos de hierro (trivalente)

10

En todos los ejemplos a continuación, excepto el ejemplo D, la sal de metal soluble fue cloruro férrico hexahidratado (0,54 g/l). El ejemplo D no tenía cloruro férrico hexahidratado.

N.º de ej.	AMP	Jabón (g/l)	pH	Log (M ³⁺)	HF	RM
1	HCl	Laurato (0,6)	2	-2,7	S	SI
2	NaOH	Laurato (0,6)	3	-4,7	S	SI
A	HCl	Laurato (0,6)	1	-2,7	S	SI
B	NaOH	Laurato (0,6)	7	-8,3	A	NO
C	NaOH	Sin jabón	3	-4,7	A	NO
D	HCl	Laurato (0,6)	3	-4,7	A	NO

AMP- Agente modificador de pH

15

HF- Clasificación de hidrofobicidad

RM- Clasificación de repelencia de manchas

En todos los ejemplos a continuación, la solución de tratamiento tiene 0,41 g/l de jabón de miristato de sodio.

20 Tabla 3: Compuestos de calcio y magnesio (divalente)

N.º de ej.	Sal de metal (g/l)	AMP	pH	Log (M ²⁺)	HF	RM
E	CaCl ₂ (0,088)	HCl	3	-3,22	A	NO
F	CaCl ₂ (5,0)	HCl	3	-1,47	A	NO
G	MgCl ₂ (0,122)	HCl	3	-3,22	A	NO
H	MgCl ₂ (6,9)	HCl	3	-1,47	A	NO

En todos los ejemplos a continuación, la solución de tratamiento tiene 0,48 g/l de cloruro de aluminio hexahidratado.

25 Tabla 4: Compuestos de aluminio (trivalente)

N.º de ej.	AMP	Jabón (g/l)	pH	Log (M ³⁺)	HF	RM
3	HCl	Laurato (0,6)	2	-2,7	H	SI
4	HCl	Laurato (0,6)	3	-2,7	H	SI
5	NaOH	Laurato (0,6)	4	-2,7	S	SI
6	NaOH	Laurato (0,6)	5	-4,1	S	SI
7	NaOH	Laurato (0,6)	6	-5,6	S	SI
8	NaOH	Miristato (0,6)	4	-2,7	S	SI
9	NaOH	Miristato (0,6)	4	-2,7	S	SI
I	HCl	Laurato (0,6)	1	-2,7	A	NO
J	NaOH	Laurato (0,6)	7	-5,3	A	NO
K	NaOH	Sin jabón	3	-2,7	A	NO

Tabla 5: Compuestos de titanio (trivalente y tetravalente)

N.º de ej.	Sal de metal (g/l)	AMP	Jabón (g/l)	pH	HF	RM
------------	--------------------	-----	-------------	----	----	----

ES 2 441 119 T3

10	TiCl ₃ (0,49)	HCl	Miristato (0,41)	1	S	SI
11	TiCl ₃ (0,49)	HCl	Miristato (0,41)	2	S	SI
12	TiCl ₃ (0,49)	HCl	Miristato (0,41)	3	S	SI
13	TiCl ₄ (0,49)	HCl	Miristato (0,41)	1	S	SI
14	TiCl ₄ (0,49)	HCl	Miristato (0,41)	2	S	SI

5 A partir de los resultados, queda claro que las telas tratadas con compuestos solubles en agua de metales trivalentes y tetravalentes se vuelven hidrófobas y con resistencia a manchas a diferencia de las telas tratadas con compuestos solubles en agua de metales divalentes en condiciones de otro modo idénticas. Los resultados indican que la presencia tanto del jabón como del compuesto soluble en agua de metal trivalente o tetravalente es esencial para que la tela se vuelva hidrófoba. Los resultados también demuestran el intervalo óptimo de pH para compuestos de aluminio, titanio y hierro.

10 Tratamiento de la tela - Ejemplo 15

A 1 l de agua desionizada, se le añadieron 0,266 g de cloruro de aluminio anhidro, 0,0255 g de cloruro de aluminio hexahidratado, 0,18 g de cloruro de cinc anhidro y 0,41 g de miristato de potasio y se disolvió para obtener el componente acuoso que tuvo un pH de 4,5.

15 Se pusieron a remojo 100 telas, cada una de 1 g (100 cm²) en 1 l del componente acuoso anterior durante 20 minutos. Después de remojar las telas, se aclararon una vez en 1 l de agua desionizada y se secaron en aire y se plancharon.

Tratamiento de la tela - Ejemplo 16

20 A 1 l de agua desionizada, se le añadieron 0,266 g de cloruro de aluminio anhidro, 0,0255 g de cloruro de aluminio hexahidratado y 0,41 g de miristato de potasio y se disolvió para obtener el componente acuoso que tuvo un pH de 4,5.

25 Se pusieron a remojo 100 telas, cada una de 1 g (100 cm²) en 1 l del componente acuoso anterior durante 20 minutos. Después de remojar las telas, se aclararon una vez en 1 l de agua desionizada y se secaron en aire y se plancharon.

Tratamiento de la tela - Ejemplo 17

30 A 1 l de agua desionizada, se le añadieron 0,51 g de poli(cloruro de aluminio) y 0,41 g de miristato de potasio y se disolvió para obtener el componente acuoso que tuvo un pH de 4,5.

Se pusieron a remojo 100 telas, cada una de 1 g (100 cm²) en 1 l del componente acuoso anterior durante 20 minutos. Después de remojar las telas, se aclararon una vez en 1 l de agua desionizada y se secaron en aire y se plancharon.

Tratamiento de la tela - Ejemplo comparativo L

35 Se pusieron a remojo 100 telas, cada una de 1g (100 cm²) en 1 l del agua desionizada durante 20 minutos. Después de remojar las telas, se aclararon una vez en 1 l de agua desionizada y se secaron en aire y se plancharon.

Tratamiento de la tela - Ejemplo 18

40 A 1 l de agua desionizada, se le añadieron 0,18 g de cloruro de cinc, 0,51 g de cloruro de aluminio hexahidratado, 0,08 g de carbonato de sodio y 0,41 g de oleato de sodio y se disolvió para obtener el componente acuoso que tuvo un pH de 4,5. Se pusieron a remojo 100 telas, cada una de 1 g (100 cm²) en 1 l del componente acuoso anterior durante 20 minutos. Después de remojar las telas, se aclararon una vez en 1 l de agua desionizada y se secaron en aire y se plancharon.

Tratamiento de la tela - Ejemplo 19

50 A un 1 l de agua desionizada se le añadieron 0,4 g de aluminato de sodio, 0,48 g de laurato de sodio. Se añadió ácido clorhídrico para ajustar el pH a 4,5.

Se pusieron a remojo 100 telas, cada una de 1 g (100 cm²) en 1 l del componente acuoso anterior durante 20 minutos. Después de remojar las telas, se aclararon una vez en 1 l de agua desionizada y se secaron en aire y se plancharon.

55 PROTOCOLO DE ENSUCIAMIENTO

Ensuciamiento con hollín de carbón:

En 1 l de agua desionizada se llevaron 150 mg de hollín de carbón (Cabot India). Se sometió a sonicación esta dispersión durante 2 horas en un sonicador de baño.

5 En 80 ml de la dispersión anterior, se mojaron 10 telas (de 1 g cada una) y se retiraron de inmediato. Se secaron en línea las telas ensuciadas en aire durante la noche.

Ensuciamiento con barro rojo:

10 A 1 l de agua desionizada se le añadieron 5 g de barro rojo (ex HURC, tamizado, tamaño de partícula <150 micrómetros) y se sometió a sonicación en un sonicador de baño durante 2 horas.

En 100 ml de la suspensión espesa anterior, se mojaron 10 telas (de 1g cada una) y se retiraron de inmediato. Se secaron en línea las telas ensuciadas en aire durante la noche.

15 Ensuciamiento con manchas de té

Se mojaron 2 bolsas de té en 150 ml de leche caliente para preparar té. Se dejaron caer 5 ml de este té sobre telas mantenidas en un plano inclinado ~ 70°. A continuación, se limpiaron las telas con un pañuelo de papel de inmediato y se secaron durante la noche.

20 Ensuciamiento con manchas de café

Se dejaron caer 5 ml de café instantáneo sobre las telas mantenidas en un plano inclinado ~ 70°. A continuación, se limpiaron las telas con un pañuelo de papel de inmediato y se secaron durante la noche.

25 PROTOCOLO DE LAVADO

30 El protocolo de lavado típico implicó remojar 20 g de telas en 1 l de agua desionizada que contenía 3 g de Surf Excel (ex. Hindustan Unilever Limited) durante 15 minutos. Se lavaron en un Tergotometer® (Instrument Marketing Services, EE. UU.) a 90 rpm durante 30 minutos a temperatura ambiente. Después del lavado, se aclararon las telas tres veces, cada una con 450 ml de agua durante 2 minutos en Tergotometer® a 90 rpm y se secaron en aire. El protocolo de lavado en agua dura fue el mismo que el descrito anteriormente en todos los aspectos excepto que en lugar de agua desionizada, se usó agua de 48 FH (Ca²⁺: Mg²⁺ = 2:1).

35 Medida de reflectancia

Se midió la reflectancia de todas las telas antes y después del lavado usando un reflectómetro Macbeth a una longitud de onda de 460 nm, excluido UV, SCI usando una apertura grande.

40 Repelencia a la suciedad y limpieza a 0 FH (barro rojo, hollín de carbón y manchas de té)

Se llevaron a cabo experimentos con telas de algodón, polialgodón y poliéster (con una reflectancia inicial de 90), se trataron como se tabula a continuación. Se ensuciaron las telas tratadas y subsiguientemente se lavaron usando el protocolo de lavado 1. Se midió la reflectancia de las telas después del ensuciamiento y se tabularon los valores a continuación.

Tabla 6 - Repelencia a la suciedad y subsiguiente limpieza a 0 FH

N.º ej.	Tela	R460 (barro rojo)		R460 (hollín de carbón)		R460 (té)	
		Después del ensuciamiento	Después del lavado	Después del ensuciamiento	Después del lavado	Después del ensuciamiento	Después del lavado
15	Algodón	76,6 ± 0,4	85,4 ± 0,3	62,2 ± 3,0	77,4 ± 0,6	69,7 ± 2,6	86,9 ± 0,3
16	Algodón	75,6 ± 0,6	84,7 ± 0,7	65,8 ± 3,7	79,1 ± 0,6	51,0 ± 3,3	87,4 ± 0,7
17	Algodón	75,0 ± 0,6	83,3 ± 1,8	59,6 ± 4,0	76,3 ± 0,6	72,7 ± 2,4	86,9 ± 0,3
L	Algodón	74,1 ± 0,2	82,9 ± 0,9	50,5 ± 2,9	63,6 ± 1,2	58,9 ± 1,3	84,9 ± 0,3
15	Polialgodón	81,6 ± 0,7	84,2 ± 0,4	70,2 ± 6,2	81,5 ± 1,3	83,4 ± 1,5	85,6 ± 0,1
16	Polialgodón	80,1 ± 1,4	83,3 ± 0,2	65,2 ± 3,7	79,1 ± 0,6	54,1 ± 0,6	85,2 ± 0,1
17	Polialgodón	82,9 ± 0,2	85,4 ± 0,4	67,7 ± 1,9	81,3 ± 0,2	85,2 ± 0,1	85,6 ± 0,1
L	Polialgodón	75,7 ± 0,3	81,9 ± 0,1	39,7 ± 3,9	63,6 ± 1,2	63,1 ± 5,1	83,9 ± 0,2

ES 2 441 119 T3

15	Poliéster	85,8 ± 1,1	86,4 ± 0,5	79,5 ± 3,3	84,7 ± 0,5	84,8 ± 2,5	87,4 ± 0,4
16	Poliéster	82,2 ± 1,8	86,5 ± 0,2	76,6 ± 1,3	84,0 ± 1,2	54,9 ± 0,5	87,3 ± 0,3
17	Poliéster	86,2 ± 0,8	87,1 ± 0,6	81,1 ± 0,7	84,9 ± 0,1	84,4 ± 4,3	87,1 ± 0,2
L	Poliéster	81,9 ± 1,8	86,5 ± 0,4	49,4 ± 3,1	71,3 ± 1,9	66,3 ± 0,9	86,8 ± 0,1

Repelencia a la suciedad y limpieza a 0 FH y 48 FH (manchas de café)

5 Se llevaron a cabo experimentos con telas de algodón, polialgodón y poliéster (con una reflectancia inicial de 90), se trataron como se tabula a continuación. Se ensuciaron las telas tratadas con el método de ensuciamiento con café, como se describe anteriormente. Se lavaron las telas ensuciadas usando el protocolo de lavado. Se midió la reflectancia de las telas después del ensuciamiento y se resumen los valores a continuación.

10 Tabla 7 - Repelencia a la suciedad y limpieza a 0 FH y 48 FH (manchas de café)

N.º ej.	Tela	R460 (0 FH)		R460 (48 FH)	
		Después del ensuciamiento	Después del lavado	Después del ensuciamiento	Después del lavado
L	Algodón	56,7 ± 0,9	85,6 ± 0,4	57,8 ± 1,3	85,6 ± 0,2
18	Algodón	83,5 ± 0,3	89,7 ± 0,1	84,7 ± 2,0	88,7 ± 0,2
L	Polialgodón	56,1 ± 3,9	84,2 ± 0,3	54,0 ± 1,6	83,9 ± 0,1
18	Polialgodón	80,5 ± 1,7	85,6 ± 0,3	81,9 ± 0,3	85,5 ± 0,3
L	Poliéster	66,9 ± 3,0	84,7 ± 0,1	66,3 ± 1,4	84,3 ± 0,2
18	Poliéster	76,4 ± 2,5	84,9 ± 0,2	70,2 ± 3,3	83,5 ± 0,3

15 Se llevaron a cabo experimentos con telas de algodón, polialgodón y poliéster (con una reflectancia inicial de 97), se trataron con la composición de tratamiento de tela del ejemplo 19 y con la composición de tratamiento de tela del ejemplo comparativo L. Se ensuciaron las telas tratadas con el método de ensuciamiento con barro rojo. Se lavaron las telas ensuciadas usando el protocolo de lavado. Se midió la reflectancia de las telas después del ensuciamiento y se resumen los valores en la tabla 8.

Tabla 8 - Repelencia a la suciedad y subsiguiente limpieza usando un compuesto soluble en agua alcalino

N.º ej.	Tela	R460 (0 FH)	
		Después del ensuciamiento	Después del lavado
L	Algodón	60,8 ± 1,0	77,7 ± 0,9
19	Algodón	82,1 ± 0,7	92,8 ± 0,3
L	Polialgodón	66,4 ± 0,7	82,7 ± 0,5
19	Polialgodón	86,1 ± 2,3	93,0 ± 0,5
L	Poliéster	77,5 ± 4,3	93,0 ± 0,7
19	Poliéster	93,1 ± 1,7	96,8 ± 0,3

Efecto de la variación de pH del tratamiento sobre la repelencia a barro rojo

25 Se llevaron a cabo experimentos con telas de algodón, polialgodón y poliéster (con una reflectancia inicial de 97), se trataron con la composición de tratamiento de tela del ejemplo 15 a diferente pH como se tabula a continuación. Se consiguió un pH de 1,5 añadiendo ácido clorhídrico y se consiguió un pH de 9,5 añadiendo hidróxido de sodio. Se ensuciaron las telas tratadas con el método de ensuciamiento con barro rojo y el método de ensuciamiento con té, como se describe anteriormente. Se lavaron las telas ensuciadas usando el protocolo de lavado descrito antes. Se midió la reflectancia de las telas después del ensuciamiento y se resumen los valores en la tabla 9.

30 Tabla 9 - Efecto de la variación de pH del tratamiento sobre la repelencia a barro rojo

Suciedad	Tela	R460 (pH = 1,5)	R460 (pH=4,5)	R460 (pH=9,5)
----------	------	-----------------	---------------	---------------

ES 2 441 119 T3

		Después del ensuciamiento	Después del lavado	Después del ensuciamiento	Después del lavado	Después del ensuciamiento	Después del lavado
Barro rojo	Algodón	56,7 ± 0,6	79,6 ± 0,9	78,2 ± 1,5	93,5 ± 0,6	69,2 ± 0,9	80,9 ± 1,0
Barro rojo	Poli algodón	52,2 ± 0,2	76,5 ± 0,6	70,4 ± 4,2	81,7 ± 2,5	62,1 ± 0,1	73,6 ± 0,4
Barro rojo	Poliéster	70,6 ± 0,9	91,7 ± 0,4	93,1 ± 0,9	97,9 ± 0,2	77,1 ± 0,8	92,5 ± 0,6
Té	Algodón	58,8 ± 0,7	93,6 ± 0,4	81,1 ± 0,8	96,9 ± 0,2	61,5 ± 3,2	93,7 ± 0,7
Té	Poli algodón	48,7 ± 5,1	92,0 ± 0,2	62,7 ± 1,8	92,8 ± 0,3	46,3 ± 4,1	91,0 ± 0,5
Té	Poliéster	65,2 ± 0,6	96,2 ± 1,1	94,2 ± 1,7	98,4 ± 0,5	64,0 ± 0,9	95,3 ± 0,3

A partir de los resultados anteriores, se apreciará que la presente invención proporciona un método en una única etapa para impartir resistencia a las manchas a una tela a la vez que también se mejora la eficacia en la subsiguiente limpieza.

5 Tratamiento de la tela - Ejemplo 20

A 1 l de agua desionizada, se le añadieron 2,97 g de nitrato de cinc, 1,8 g de nitrato de aluminio nonahidratado, 0,8 g de hidróxido de sodio y 1 g de laurato de sodio para obtener un componente acuoso que tuvo un pH de 4,5.

- 10 Se pusieron a remojo 40 telas, cada una de 1 g (100 cm²) en 1 l del componente acuoso anterior durante 60 minutos. Después de remojar las telas, se aclararon una vez en 1 litro de agua desionizada y se secaron en aire y se plancharon.

Protocolo de ensuciamiento transportado por el aire

- 15 Se colgaron 100 cm² de muestras de algodón en el escape de un motor diesel en funcionamiento a 4500 W durante 3 horas.

Ciclos repetidos de ensuciamiento transportado por el aire - lavado

- 20 Las muestras, ensuciadas de acuerdo con el protocolo de ensuciamiento transportado por el aire descrito anteriormente, se lavaron de acuerdo con el protocolo descrito anteriormente (a 0 FH). El ciclo de ensuciamiento transportado por el aire y lavado se repitió cuatro veces con las muestras tratadas después de cada lavado con la composición de tratamiento de tela del ejemplo 20. Se llevó a cabo un procedimiento similar con la composición de tratamiento de tela del ejemplo comparativo L. Se midió la reflectancia en cada ciclo después del ensuciamiento y después del lavado y los resultados se tabulan a continuación.
- 25

Tabla 10: Eficacia de la limpieza después de ciclos repetidos de ensuciamiento transportado por el aire - lavado

	Ejemplo comparativo L		Ejemplo 20	
	Después del ensuciamiento	Después del lavado	Después del ensuciamiento	Después del lavado
1º ciclo	53,9	72,5	54,6	81,0
2º ciclo	46,8	63,0	54,6	72,9
3º ciclo	42,3	59,2	48,1	68,8
4º ciclo	39,1	56,0	42,5	64,7

- 30 A partir de los resultados, queda claro que el tratamiento de tela de acuerdo con la presente invención proporciona una mejor eficacia de limpieza después de ciclos repetidos de ensuciamiento transportado por el aire - lavado.

TRATAMIENTO DE SUPERFICIE DURA - SUPERFICIE DE VIDRIO

35 Formulación

Se usó una suspensión líquida estable de 1 g/l de PACI (poli(cloruro de aluminio), ex Grasim, India) + 0,5g/l de DCFA (sal de Na de ácido graso de coco destilado ex Godrej Industries Ltd, India) en un caso. Se pusieron a remojo en ella portaobjetos de vidrio durante 10 minutos, se retiraron y a continuación se secaron con aire. Después del secado, se limpió la superficie para asegurar un secado completo. Este tratamiento lo volvió hidrófobo.

40

Aplicación

Se pulverizó la formulación sobre la superficie de vidrio. Se dejó la capa de líquido sobre la superficie de vidrio durante

5-10 min para que se depositara la capa.

Después del secado completo, se descubrió que la superficie de vidrio era hidrófoba, por la prueba de ángulo de contacto de gota de agua.

5

El tiempo de contacto entre la formulación líquida y la superficie de vidrio se puede reducir de 5-10 minutos a casi menos de un minuto incrementando la concentración.

10

En otro ejemplo, se preparó otra suspensión líquida estable compuesta de 10 g/l de PACI + 5g/l de DCFA (sal de Na de ácido graso de coco destilado) y se pulverizó sobre la superficie de vidrio, se mantuvo durante aproximadamente 30 s y a continuación se secó con un pañuelo de papel. Se tuvo cuidado de que la superficie estuviera completamente seca y transparente.

15

Se descubrió que la superficie de vidrio era hidrófoba, por la prueba de ángulo de contacto de gota de agua.

Repelencia de suciedades oleosas

20

Se pusieron a remojo 100 g de telas de algodón en 1 litro de agua que contenía los siguientes tratamientos (21 y 22 y ejemplos comparativos M a P) durante 30 minutos. Se aclararon las telas en agua y se secaron en aire y se ensuciaron y se limpiaron usando los protocolos dados a continuación.

Tratamiento Aclarado

21	0,5 g/l de poli(cloruro de aluminio) + 0,5 g/l de miristato de potasio
22	0,5 g/l de poli(cloruro de aluminio) + 0,5 g/l de miristato de potasio + 0,2 g/l de emulsión de PDMS (activo al 30 %)
M	0,2 g/l de emulsión de PDMS (activo al 30 %)
N	1 g/l de emulsión de PDMS (activo al 30 %)
O	5 g/l de emulsión de PDMS (activo al 30 %)
P	Agua

25

El PDMS, una silicona cuaternaria, como se usa en el ejemplo, está en forma de una emulsión en agua que contiene un activo al 35 %, D5 (ciclopentasiloxano) al 5 %, tensioactivo catiónico al 5 %, no iónicos al 5 %) y agua.

Protocolo de ensuciamiento

1 Ensuciamiento con carbón

30

Se colocaron las muestras de 100 cm² de las telas tratadas anteriormente sobre una tabla blanca. A cada muestra, se le añadieron 5 ml de dispersión de hollín de carbón de 20 ppm en NaLAS de 3 ppm. Se hizo rodar el líquido con una varilla de vidrio cuatro veces y se secaron las telas en aire. Se midió el grado de ensuciamiento de las telas usando reflectancia y por medio de análisis de imagen.

35

2 Ensuciamiento con aceite

40

Se coloreó aceite de coco (marca comercial disponible: Parachute) usando una cantidad traza de tinte Orange OT. Se cortaron las telas tratadas (21, 22, M-P) en tiras de 5 cm x 1 cm y se mantuvieron verticalmente usando una pinza. Se añadieron 0,1 ml del aceite de coco coloreado a cada una de las telas de algodón y se midió el área de extensión después de 10 segundos. Tres telas de cada tratamiento se sometieron al mismo procedimiento de ensuciamiento y se obtuvo un promedio del área de extensión para cada tratamiento.

Protocolo de lavado

45

Se pusieron a remojo 100 g de telas ensuciadas con hollín de carbón en 1 litro de agua desionizada que contenía 3 g de polvo Surf Excel Quickwash (ex. Hindustan Unilever Limited) durante 30 minutos. Se lavaron las telas ensuciadas por lavado a mano de manera regimental con 10 cepillados (5 cepillados en cada lado) y se aclararon en agua tres veces. A continuación, se secaron las telas en aire y se midió la reflectancia como antes.

50

Medida de reflectancia

Se midió la reflectancia de todas las telas antes y después del lavado usando un reflectómetro Macbeth a una longitud de onda de 460 nm, excluido UV, SCI usando una apertura grande (LAV).

55

Análisis de imagen

ES 2 441 119 T3

5 Se escanearon las telas ensuciadas y lavadas después del secado usando un escáner HP en escala de color de 256 bits. Se capturaron las imágenes en formato jpg y se analizaron usando el programa informático ImageJ usando el modo de análisis de histograma. Un valor de 0 se refiere a completamente negro mientras que un valor de 255 se refiere a completamente blanco.

Ensuciamiento con carbón y detergencia

10 Se usó hollín de carbón acuoso como modelo de suciedad acuosa y se ensuciaron y se lavaron las telas tratadas como se describe anteriormente. Cuanto mayor es la extensión, menor es la repelencia

Tratamiento	R 460* antes del lavado	R 460* después del lavado	Datos de ImageJ antes del lavado	Datos de ImageJ después del lavado
21	74,5	78,0	239,51	246,30
22	77,0	79,9	238,71	247,11
M	57,9	59,5	219,06	226,43
N	52,3	59,8	203,54	220,20
O	55,4	57,8	207,95	221,56
P	50,8	61,2	206,26	222,48

15 Los datos anteriores muestran que tanto en términos de reflectancia como en términos de análisis de Image, las telas tratadas con los tratamientos 21 y 22 son superiores a todos los demás tratamientos antes y después del lavado, lo que muestra claramente que los tratamientos 21 y 22 proporcionan repelencia a la suciedad acuosa así como limpieza.

Ensuciamiento con aceite

20 Se usó aceite de coco coloreado como modelo de suciedad oleosa y se ha tomado su extensión sobre varias telas tratadas como la repelencia de suciedad oleosa.

Formulación	Promedio del área de extensión (cm ²)
21	1,7 ± 0,2
22	1,0 ± 0,1
M	1,4 ± 0,1
N	1,3 ± 0,1
O	0,9 ± 0,1
P	1,8 ± 0,1

25 A partir del área de extensión del aceite, queda claro que los tratamientos 22 y O muestran menos extensión de aceite en comparación con los otros ejemplos. Un tratamiento de PDMS solo (tratamiento E) pudo proporcionar repelencia de suciedad oleosa, pero sólo a un nivel muy alto de PDMS (25 veces más en comparación con el 22)

De este modo, el tratamiento 21 proporciona repelencia de suciedades acuosas y limpieza mientras que el tratamiento 22 proporciona además repelencia de suciedades oleosas además de repelencia de suciedades acuosas y limpieza.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método de tratamiento de un sustrato que comprende la etapa de poner en contacto el sustrato con un componente acuoso que comprende agua y una composición que comprende:
- (a) un jabón de un 0,001 a un 0,5 % en peso del componente acuoso, y
- (b) poli(cloruro de aluminio) de un 0,001 a un 0,5 % en peso del componente acuoso;
- 10 en la que el pH del componente acuoso es menor que 6.
2. Un método como se reivindica en la reivindicación 1, en el que la composición comprende además un aceite de silicona cuaternaria.
- 15 3. Un método como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha composición comprende un agente modificador de pH para mantener dicho pH por debajo de 6.
4. Una composición sólida para el tratamiento de un sustrato que comprende:
- 20 (a) un jabón de un 10 a un 90 %,
- (b) un poli(cloruro de aluminio) de un 10 a un 90 %, y
- (c) un agente modificador de pH de un 0 a un 20 %;
- 25 en la que el pH de un 1 % en peso de la composición en agua es menor que 6.
5. Una composición como se reivindica en la reivindicación 4, en la que la composición comprende además un aceite de silicona cuaternaria.
- 30 6. Uso de una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 4 o 5, para volver un sustrato hidrófobo.
- 35 7. Uso de una composición de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 4 o 5, para volver un sustrato repelente a las manchas.